Revue des Sciences et de la Technologie

Synthèse

Université Badji Mokhtar Annaba, Algérie











*U*niversité *B*adji *M*okhtar, *A*nnaba *Direction des Publications* جامعة بــــاجـــي محتــــار – عنــــابــــة – مديـــرية النشــر

*R*evue des *S*ciences et de la *T*echnologie de *S*ynthèse

مجلة العلوم و التكنولوجيا

Directeur de la Revue Pr. Abdelkrim Kadi Recteur de l'Université Badji Mokhtar de Annaba

> Directeur des Publications Pr. Lakhdar Tifouti

Directeur de la Rédaction Pr. Kamel Chaoui

Comité de Rédaction Pr. N. Aouf, Pr. A. Boukhemis Pr. H. Sissaoui, Pr. N. Soltani, Pr. L. Zouioueche

> **Secrétariat** Wafia Fantazi née Ghabeche Azzedine Chelia

Rédaction et Administration

Direction des Publications, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algérie. Tel/Fax : 213 (0) 38 87 11 12 E-mail : revuesynthese@univ-annaba.org

ISSN - 1114 - 4924.

INSTRUCTIONS AUX AUTEURS

Les instructions aux auteurs complètes sont disponibles sur : http://www.univ-annaba.org

Adresses et Soumission du projet d'article

Les auteurs sont invités à soumettre leur manuscrit au format PDF en regroupant texte, figures et tableaux dans un même fichier. Néanmoins, il est possible de déposer des fichiers au format Word ou RTF. Le manuscrit (texte, figures et tableaux) en 4 exemplaires accompagnés d'un CD contenant l'article est à adresser à : Revue Synthèse des Sciences et de la Technologie, Direction des publications, Université Badji Mokhtar de Annaba, BP 12, Annaba 23000, Algérie.

Tel. /Fax: 00 213 (0) 38 87 11 12

revuesynthese@univ-annaba.org

L'article est préférentiellement rédigé en arabe, en anglais ou en français. Il ne doit avoir fait l'objet d'aucune publication antérieure ni être simultanément soumis à d'autres revues ou journaux. Quand un auteur reprend une figure, une photographie ou un tableau provenant d'une autre publication, il doit indiquer l'origine du document, après avoir obtenu le droit de reproduction auprès de l'éditeur concerné. Tous les articles sont soumis à un comité de lecture. Seuls les articles ayant reçu un avis favorable des experts seront acceptés pour publication. Outre les articles relatant des contributions originales, la Revue des Sciences et de la Technologie publie aussi des contributions synthétisant un problème technique spécifique, l'état de l'art d'un thème ou une lettre à l'éditeur.

Présentation du projet d'article

Le manuscrit, saisi en double interligne avec une police Times New Roman (taille 12), en recto seulement, avec des marges de 3 cm, doit comprendre, dans l'ordre : une page de titre, une page de résumés, le texte, les références, une nomenclature et, éventuellement, des annexes. Toutes les pages doivent être numérotées. Les titres de chapitres sont numérotés selon la numérotation décimale (1. ; 1.1. ; 1.1.1. ; etc.). Les tableaux, avec leurs titres et les figures, avec leurs légendes, doivent être intégrés dans le corps du texte. Les abréviations sont suivies d'un point abréviatif. Les parenthèses et les crochets ouvrants et fermants sont collés aux mots qui les suivent ou les précèdent.

Page de titre

La page de titre contient : le titre de l'article, lequel doit être concis tout en étant explicite (Police 14 TNR), le prénom (en entier) et le nom de chaque auteur, ses coordonnées complètes (adresse, numéros de téléphone, fax et e-mail), ses fonctions, ainsi que le nom de l'auteur correspondant (Police 12 TNR).

Page des résumés

La page des résumés doit rappeler le titre de l'article et comporter un résumé en anglais, en arabe (le comité de rédaction peut se charger de l'établir) et en français, chacun contenant environ 200 mots. Elle comportera également cinq mots clés en anglais (écrits en minuscules italiques séparés par des tirets).

Equations et nombres

Les équations doivent être soigneusement saisies dans l'éditeur d'équations Microsoft Equation 3.0. Quand il est fait référence aux équations dans le texte sous la forme :

équation (1), elles doivent être numérotées en chiffres arabes entre parenthèses au bord de la marge droite. Les vecteurs et matrices doivent apparaître en caractères gras. Le logarithme décimal s'écrit log et le logarithme népérien ln. L'abréviation de exp (exponentielle) est le «e». Dans les expressions du type dx/dt le terme d (différentiel) est toujours en romain, tandis que la grandeur physique (x ou t) est toujours en italique. La virgule décimale, à utiliser dans les textes en français, est à remplacer par le point décimal dans les textes en anglais.

Figures et Tableaux

Toutes les figures et tableaux doivent être appelés dans le texte. On écrira figure 1 en toutes lettres dans le texte, mais (Fig. 1) entre parenthèse. Les figures et tableaux seront numérotés en chiffres arabes croissant au fur et à mesure de leur apparition dans le texte. Les tableaux ne doivent pas faire double emploi avec les figures.

Références

Les références sont numérotées par ordre croissant au fur et à mesure de leur apparition dans le texte, en chiffres arabes entre crochets. Toutes les références de la liste doivent correspondre à des références citées dans le texte dans l'ordre chronologique. Les titres des périodiques doivent être abrégés selon les normes officielles (cf. ISI, Current Contents, Physical Abstracts, etc.). Ecrire en toutes lettres les mots pour lesquels aucune abréviation n'est répertoriée. Le style et la ponctuation des références doivent être conformes aux modèles illustrés ci-dessous en indiquant tous les auteurs:

• Article de revue/journal:

[1] G. Guo, C.B. Park, Y.H. Lee, Y.S. Kim, M. Sain, *Flame retarding effects of nanoclay on wood-fiber composites,* Polymer Eng. & Sci., Vol. 47, Issue 3, 2007, p.330-336.

• Ouvrage ou thèse publiée :

[2] G. Montambaux, E. Akkermans, *Physique mésoscopique des électrons et des photons*, Chapitre 4, Ed. EDP SCIENCES, Paris, 2004.

• Communication dans un colloque ou un congrès :

[3] M.F. Kanninen, I.D. Peggs, C.H. Popelar, *A* methodology for forcasting the lifetimes of geomembranes that fail by slow crack growth, Proceedings of Geosynthetics'93, Vancouver, Canada, 1993, p.831-844

Nomenclature

Tous les paramètres cités dans l'article doivent être rassemblés alphabétiquement, dans une nomenclature à la fin de l'article, avec leurs désignations et leurs unités. Lettres grecques, indices et exposants sont traités séparément. Les symboles utilisés doivent être ceux de la normalisation internationale (ISO) ; ils sont toujours écrits en italique. Les unités doivent être conformes au Système International (SI) et toujours séparées de la valeur numérique par un espace (quelles que soient l'unité et la langue) ; elles sont écrites en romain. Le symbole du litre est L, celui de la minute est min, celui du normo mètre cube est Nm³, °C, K (Kelvin), etc.

Annexes

Dans le but d'assurer l'accessibilité à un plus grand nombre de lecteurs, l'annexe est destinée à expliciter des techniques de calcul ou des développements mathématiques, etc. nécessaires à la clarification d'une idée ou d'un procesus

*C*omité *S*cientifique de la *R*evue des *S*ciences et de la *T*echnologie de l'*U*niversité d'*A*nnaba

Noureddine Aouf Professeur, Département de Chimie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Bruno Baudin Professeur, Pharmacie, Université Paris-Sud 11, Hôpital Saint-Antoine, Paris, (France). Djaffar Benachour Professeur, Département de Génie des Procédés, Université Farhat Abbes, Sétif (Algérie) Leila Benmaiza Professeur, Département de Médecine, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) **Bachir Bensaker** Professeur, Département d'Electronique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Malk. Benzeggagh Professeur, Mécanique Matériaux Structure, U.T. Compiègne (France) Kamel Bouhidel Professeur, Département de Génie Chimique, Université de Batna (Algérie) Kaddour Boukhemis Professeur, Département d'Aménagement, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Anissa Boukhemis Professeur, Département d'Aménagement, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Chikh Bouzar Professeur, Département de Mathématiques, Université Es-Senia, Oran (Algérie) Kamel Chaoui Professeur, Département de Mécanique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Allaoua Chibani Professeur, Département de Physique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Nasr Eddine Debbache Professeur, Département d'Electronique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Larbi Djabri Professeur, Département de Géologie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Mohamed Réda Djebbar Professeur, Département de Biologie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Patrick Giraudoux Professeur, Ecologie et Environnement, Université de Besançon (France) Professeur, Université Larbi Ben-M'hidi, Oum El Bouaghi (Algérie) **Redjem Hadef** Zahia Hadjoub Professeur, Département de Physique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) **Tayssir Hamieh** Professeur, Département de Matériaux, Université Libanaise, Beyrouth (Liban) Hichem Kara Professeur, Département Sciences de la Mer, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Raoul Karuba Professeur, Membre chaire UNESCO Eau, Université Sophia Antipolis, (France) Smail Kharoubi Professeur, Faculté de Médecine, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Nacer Kherici Professeur, Département de Géologie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Mohamed Labaiz Professeur, Département de Métallurgie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Ali Ladjama Professeur, Département de Biochimie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Mohamed Tayeb Laskri Professeur, Département d'Informatique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Amar Makhlouf Professeur, Dépt. de Mathématiques, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) **Bachir Merzoug** Professeur, Département de Mécanique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) André Monteil Professeur, Département de Physique, Université Angers (France) Professeur, Département de Biologie Marine, USTL Montpellier (France) Jean-Pierre Quignard **Bachir Redjel** Professeur, Département de Génie Civil, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Zaidi Sahnoune Professeur, Département d'Informatique, Université Mentouri Constantine (Algérie) Hocine Sissaoui Professeur, Dépt. de Mathématiques, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Professeur, Protection des Végétaux, Université Grund (Belgique) Guy Smagghe Noureddine Soltani Professeur, Département de Biologie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Mohamed Taabni Professeur, Département de Géomorphologie, Poitiers (France) Lakhdar Tifouti Professeur, Dépt. de Génie des Procédés, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie) Louisa Zouioueche Professeur, Dépt. Chimie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)

Sommaire

Section A (Maths, Chimie, Physique, Informatique)	
Comportement à la corrosion de couches minces nano structurées FexSiy, élaborées par co-pulvérisation cathodique triode magnétron	9
Fatma Guenfoud, Madjda Mokhtari, Rafik Nouar, Moufida Bahroune, Nacereddine Beliardouh, Abdelhamid Saker.	
Section B (Sciences de la Nature, de la Vie et Médecine)	
Caractérisation de 3 huiles d'olive issues de 3 cultivars de l'Est algérien	15
Nora Benrachou, Cherifa Henchiri et Zeineddine Djeghaba.	
Impact d'une hyperhomocystéinémie sur les lipoprotéines plasmatiques et sur la structure hépatique du Rat des sables, Psammomys obesus	27
Fouzia Zerrouk, Khira Othmani-Mecif, Lila Khedis, Billel Chaouad, Adel Ghoul, Nabila Rezkallah, Samia Neggazi, Souhila Aouichat-Bouguerra, Mohamed El Hadi Cherifi et Yasmina Benazzoug.	
Taux des lipides et des protéines et composition en acides gras du tissu comestible des crustacés et des mollusques pêchés en Algérie : Effet du halofénozide (RH-0345) sur la composition en acides gras de Penaeus kerathurus (Crustacé, Décapode).	37
Samira Gheid, Safia Nadji et Mohamed El Hadi Khebbeb.	
Profil des ecdystéroïdes durant la métamorphose et rapport avec le cycle cuticulaire chez <i>Ephestia kuehniella</i> (Insecta, Lepidoptera, Pyralidae)	45
Samira Yezli-Touiker et Nadia Soltani-Mazouni.	
Inventory of the lichen flora of the national park of El Kala in northeastern Algeria	53
Djamel Fadel, Rachid Djamaï, Aziz Laïfa et Ilhem Boughambouz.	
Section C (Sciences de la Terre, Mines et Architecture)	
Section D (Sciences de l'Ingénieur)	
Détermination pratique des paramètres géométriques d'un contact de type Saphir- Laiton : application dans la modélisation de la RTC	61
Bensaad Bourassia, Bourouga Brahim et Garnier Bertrand.	
Utilisation du Kurtosis dans le diagnostic des défauts combinés d'engrenages par la transformée continue en ondelettes	75
Kamel Belaid, Abdelhamid Miloudi, Mohand Slimani.	
Traitement d'un problème de type FJSP (Flexible Job Shop scheduling problem) à l'aide d'algorithme génétique	89
Zahia Khaldouna et Messaoud Djeghaba.	
Elaboration de poudre de fer par réduction de la calamine avec du monoxyde de carbone	97
Omer Denshihauh Said Méshaphti, Salim Sarrai, Mahamad Camal Khalifa	

Omar Benchiheub, Said Méchachti, Salim Serrai, Mohamed Gamel Khalifa, Mohamed Hocine Shalabi.

Comportement à la corrosion de couches minces nano structurées FexSiy, élaborées par co-pulvérisation cathodique triode magnétron

Fatma Guenfoud¹, Madjda Mokhtari², Rafik Nouar³, Moufida Bahroune⁴, Nacereddine Beliardouh¹, Abdelhamid Saker⁴

 ¹⁾ LMGM- Département de Métallurgie et Génie des Matériaux, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algérie.
 ²⁾ URASM, complexe El Hadjar, Annaba 23000, Algérie.
 ³⁾ LERMPS, UTBM, France.
 ⁴⁾ LM2S, Département de physique, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algérie.

Accepté le 28/07/2010

ملخص

قمنا بتحضير طبقات رقيقة من خليط الحديد و السيلسيوم Fe1-x-Six بطريقة الرش المهبطي المغنطروني DC.حيث درسنا مدى التآكل لهذه الطبقات في محلول كلور الصوديوم NaCl % 3.2 فتوصلنا بأن أحسن الخصائص الكهروكيميائية هي للطبقات ذات البنية الغير بلورية والتي تحتوي على نسبة مرتفعة من السيلسيوم. باستعمال التجارب للكمون الحركي وجدنا أن مقاومة تحويل الشحن (Rt) و مقاومة الاستقطاب (Rp) تظهر نفس التطورات بدلالة تركيز السيلسيوم.

الكلمات المفتاحية: الرش المهبطي المغنطروني؛ الطبقات الرقيقة؛ نانوبنية؛ مقاومة التأكل؛ خلائط Fe-Si.

Résumé

Nous avons élaboré par pulvérisation cathodique magnétron DC des couches minces nano structurées en alliages de fer–Silicium $Fe_{1-x}Si_x$. Le comportement à la corrosion en milieu chloruré (H₂O - 3,2 g/l NaCl) a été analysé. Nous avons constaté que les meilleures performances électrochimiques sont obtenues pour les structures amorphes (teneur élevée en silicium). La résistance de transfert de charge (Rt) et la résistance de polarisation (Rp) présentent, en fonction de la concentration en silicium, les mêmes évolutions.

Mots clés : pulvérisation cathodique magnétron ; films minces ; nano structure ; corrosion ; alliages Fe-Si.

Abstract

Fe_{1-x}Si_x thin films were obtained by DC magnetron sputtering on glass substrates. The alloys were prepared from pure Fe and Si targets. The alloys were grown up to a thickness of about 5 μ m. The corrosion behaviour of Fe_{1-x}Si_x alloys containing 4~38 at. % Si, in 3, 2 % NaCl solution was studied. The results of potentiostatic and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) tests are discussed and linked to the composition and the morphology of thin films. It is suggested that Si contributes greatly to passivation in case of high iron silicon alloys.

Key words: cathode sputtering magnetron; thin films; nanostructure; corrosion; alloys Fe-Si.

1. INTRODUCTION

Les alliages de fer–Silicium (Fe_xSi_y) sont des matériaux importants, largement répandus dans des circuits électroniques et magnétiques, et jouissent d'un excellent rapport qualité/prix. Ce succès est lie aux propriétés particulières qu'un ajout de silicium procure au fer [1]. Le mécanisme de la corrosion atmosphérique des ces alliages est un phénomène, de nos jours, bien connu [2, 3]. Il a été discuté, sur la base de réactions électrochimiques, et étudiée en utilisant les méthodes électrochimiques et autres techniques. Les produits de corrosion formés sur ces

Auteur correspondant: guenfoudfatma@yahoo.fr (Fatma Guenfoud)

alliages « la rouille », se composent fondamentalement d'oxydes de fer, tel que les oxy-hydroxydes ferriques et d'autres oxydes relatifs aux éléments d'addition [4,5].

Le processus de la corrosion des matériaux à l'échelle nanométrique demeure un sujet d'investigation d'une grande importance car les propriétés liées à la surface telles que les propriétés de dureté, de résistance à l'usure- frottement, électriques, thermiques, magnétiques, et optoélectroniques, en dépendent.

Un intérêt particulier a été porté aux couches de siliciure de fer en épitaxie sur silicium Si (111), Si (100)...où des variétés de phase FexSiy ont été mises en évidence. En revanche très peu d'intérêt a été consacré à la résistance à la corrosion des couches minces en FeSi. Le silicium aurait également un rôle positif dans l'accroissement de la résistance à la corrosion dans l'eau [6].

objectif est Notre d'élaborer des couches minces en Fe-Si par copulvérisation cathodique magnétron à différent pourcentage de silicium dans une atmosphère inerte d'Argon et de les caractériser du point de vue physique (composition chimique, microstructure...). Ces couches peuvent servir comme capteur magnétique travaillant dans des milieux agressifs, une attention particulière a été portée à leur comportement électrochimique.

2. MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

2.1 Elaboration des couches

Les films, dont les compositions chimiques sont présentées au tableau 1, été élaborés par pulvérisation ont cathodique triode magnétron (copulvérisation de cibles de Fer pur et Silicium pur), en présence d'une atmosphère d'argon de haute pureté (Pression 10^{-4} Pa). Les substrats sont des lames de verre. La technique d'élaboration des couches minces et le schéma du dispositif sont détaillés dans une précédente publication [7]. Dans le tableau 2 ont été regroupées les conditions expérimentales d'élaboration.

Tableau 1. Composition chimique silicium exprimée en atomes % Si, obtenus par E.D.S

N° Echantillons FeSi	1	2	3	4	5
at% Si (moy)	4	9,7	18	32	38

Tableau 2. Conditions expérimentalesd'élaboration par copulvérisationcathodique magnétron

T° de substrat (K)	< 400
Pression de travail (Pa)	0,4
Tension cible fer pur (V)	-400
Intensité cible Fer (A)	3
Intensité cible Silicium (A)	variable
Densité de courant –substrat (mA.cm ²)	0.45
Condition de fonctionnement "triode"	
Filament : Intensité (A)/ Tension (V)	40/20
Anode : Intensité (A)/ Tension (V)	5/25
Distance cible-substrat (mm)	80
Vitesse de dépôt (µm.h ⁻¹)	5

2.2 Caractérisation des couches et moyens d'investigation

Les analyses électrochimiques ont été réalisées sur un équipement de mesure de type EG&G 263. L'électrode de référence étant en calomel Sature (ECS), la contre électrode en platine et la solution : Eau distillée à 3.2 % NaCl, température ambiante ($25 \pm 1^{\circ}$ C), aérée avec agitation modérée.

Les échantillons ont été également caractérisés par diffraction des rayons X sur un Diffractomètre INEL de longueur d'onde λ (CoK α) avec un détecteur en d'arc de cercle (120°). Une exposition de deux heures (2h) étant prise pour toutes les analyses.

3. RESULTATS ET INTERPRETATIONS

3.1 Structure des dépôts

Les résultats DRX (Fig. 1b) montre que les films n'ont pas la même morphologie structurale.

Les dépôts renfermant de 4 % at. Si jusqu'à 18 at. % Si, sont essentiellement constitués d'une solution solide Fe-Si de structure cubique centrée avec une distance réticulaire $a = 2,86 \pm 0.002$ Å proche de celle du fer α . Cependant pour les films à forte teneur en Si (32 at. %Si et plus) les diffractogrammes des rayons X présentent des structures amorphes.

La micrographie par microscopie électronique à balayage (MEB) de la figure 1.a montre l'aspect d'une couche mince de 4 % at. Si sur substrat en acier. On y remarquera un film très dense avec une uniformité d'épaisseurs ($7 \pm 0.5 \mu m$).



Figure 1. (a) Micrographie MEB donnant l'aspect d'un dépôt de 4 % at. Si sur substrat en acier. (b) Diffractogrammes DRX des dépôts en alliages de fer–Silicium Fe_xSi_y obtenus par co-pulvérisation triode magnétron. Les chiffres 1, 2, 3, 4, 5 correspondent aux compositions chimiques en % at. Si du tableau 1

L'allure des autres couches, quelque soit leur teneur en Si, semble être de même aspect avec tout fois une légère différence en épaisseur due à l'introduction de l'azote dans le plasma réduisant son pouvoir de pulvérisation [7] **3. 2 Analyses électrochimiques** En présence d'ion Cl⁻, le potentiel libre E_0 se stabilise au bout de une heure et demi (1h30') autour de 400 mV/ECS pour des films renfermant des faibles teneurs en Si et tendent vers des potentiels plus cathodiques avec l'accroissement en % Si.

Ceci est dû probablement à la nature des phases en présence. Les courbes de polarisation obtenues pour tous les échantillons sont représentées dans la figure 2.



Figure 2. Superposition des courbes de polarisation potentiodynamiques après deux heures d'immersion dans une solution aqueuse NaCl 3,2%, $T=25^{\circ}C$, aérée (a) pour les structures cristallines (b) pour les structures amorphes

On remarquera que les structures amorphes présentent de meilleures performances par rapport aux structures cristallines et on peut donc dire que l'anoblissement du matériau est favorisé par une teneur du silicium de plus en plus grande. Ceci se traduit par une densité du courant plus faible donc une très bonne capacité de résistance de polarisation Rp (Tab. 2). Ce comportement ne peut être attribué aux seuls effets de la teneur en silicium; En effet la nature des phases formées comme produits de la corrosion, joue également un rôle important pour les surfaces des alliages de fer-Silicium (Fe_xSi_y) [8]. Les diagrammes SIE, représentés dans la figure 3, confirment

les conclusions obtenues pour les essais stationnaires.



Figure 3. Diagramme d'impédance électrochimique dans le plan de Niquist obtenus pour les structures cristallines (a) et pour les structures amorphes (b)

D'une part le silicium accroît la résistance de transfert de charge (Rt) (Tab. 3) et d'autre part, les valeurs les plus élevées sont obtenues pour les structures amorphes.

Tableau3.Résultatsdesanalysesélectrochimiquespourlesstructuresamorphes

%at. Si	I <corr> (µA/cm²)</corr>	E <corr> (mV/ECS)</corr>	Rp (Ohms/cm ²)	Rt (Ohms/cm ²)
4	37,05	-550	673	425
9,7	29,48	-400	264	381
18	19,72	-422	1665	1205
32	3,082	-450	789	816
38	3,558	-540	8555	6336

4. CONCLUSION

Des films minces nano structures en alliages de fer–Silicium $Fe_{1-x}Si_x$ ont été élaborés par pulvérisation cathodique triode magnétron et le comportement à la corrosion en milieu salin (H₂O à 3,2 g/l NaCl) a été étudié.

Jusqu'à une concentration 18 at%Si les dépôts sont monophasés, solution solide de fer et de silicium de structure cubique centré (c.c). Au-delà de cette concentration (32 at. %Si et plus), les dépôts sont de plus en plus amorphe.

électrochimique L'étude en mode stationnaire. pour les dépôts à concentration en Si modérée (moins de 20 at%Si) a montré que ces dépôts ont un comportement analogue aux alliages massif de FeSi. C'est-à-dire que la protection se fait par formation d'un film passif dont l'activité est accrue en fonction du milieu corrosif (rupture fréquente du film passif) ainsi qu'une aptitude à la corrosion généralisée (non localisée).

Pour les dépôts de concentration élevée en Si, nous avons remarqué une passivation importante (palier étalé) et presque sans activité (non rupture du film passif) et bien entendu, une prédisposition à la corrosion généralisée sans localisation (pas de piqûrations).

Les diagrammes SIE obtenus ont confirmé les résultats précédents : à savoir une résistance de transfère de charge importante pour les dépôts à forte concentration en Si. En revanche, les structures amorphes présentent une meilleure résistance à la corrosion.

Références

[1] B. Fukuda et K. Matsumura, *Transactions On Magnetics*, IEEE, Vol. 5, 1984, p. 1533.

[2] S. Suzuki, E. Matsubara et T. Komatsu, Corrosion Science, Vol. 49, 2007, p. 1081.

[3] Y. Takahashi, E. Matsubara et S. Suzuki, Mater. Trans., Vol. 46, 2005, p. 637.

[4] M. Stratmann, K. Bohnenkamp et H.J. Engell, Corros. Sci., Vol. 23, 1983, p.969.

[5] M. Stratmann et J. Muêller, Corros. Sci., Vol. 36, 1994, p. 327.

[6] T. Hirata et M. Naoe, Corrosion resistive Fe-Si-B films with low H[c] and λ [s] by reducing the high energy of γ electrons in tetrode sputtering, J. appl. phys., Vol. 73(2B), Issue 10, 1993, p. 6226-6228

[7] P. Briois et A. Billard, Surface and Coating Technology, Vol. 201, 2006, p. 1328.

[8] U. Wolff, F. Schneider, K. Mummert et L. Schultz, Corrosion, Vol. 56, Issue 12, 2000, p. 1195.

11

Caractérisation de trois huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien

Nora Benrachou¹, Cherifa Henchiri² et Zeineddine Djeghaba³

 Département d'agronomie, Centre universitaire, El Tarf 36000, Algérie.
 Département de biochimie, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algérie.
 ³⁾ Laboratoire de Chimie Organique Appliquée, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algérie.

Accepté le 28/07/2010

ملخص

ثلاثة أصناف من زيت الزيتون كثيرة الانتشار في الشرق الجزائري (ليملي، بلانكات و بوريشة) نتطرق اليها في مذه الدراسة لمعرفة خصائصها الفيزيوكيميائية، الأحماض الدسمة وتريغليسيريد من خلال نتائج هذه الدراسة يتبين أن زيت الزيتون من صنف "ليملي" متكونة من أكبر نسبة من الاحماض الدسمة الغير مشبعة أي بمعدل % 84,23 مقارنة مع صنف "بوريشة" % 81,06 و"بلانكات" % 19, 79 مما يجعل زيت"ليملي" أكثر حساسية لعملية الاكسدة كما ان نسبة حموضتها و نسبة البيروكسيد اكبر من الاصناف"بوريشة" و"بلاتكات" (5,69 –14,00 ليملي) (4,28 نسبة حموضتها و نسبة البيروكسيد اكبر من الاصناف"بوريشة" و"بلاتكات" (5,69 – 14,00 ليملي) (4,28 البوريشة) و(4,11 – 7,86 ليلانكات). يتضح ان صنف"بوريشة" له اكثر اهمية من الناحية الغدائية لكونه غني بالاحماض الدسمة الضرورية % 14,26 من 6 20 2: 18 ع و % 0,77 من 3 20 3: 18 ما فيما يخص تريغليسيريد . نلاحض ان "تريووليين" (OOO) موجودة بكمية كبيرة في الاصتاف الثلاثة مع نسبة أكبر لصنف "ليملي".

الكلمات المفتاحية : زيت الزيتون؛ أصناف؛ أحماض دسمة؛ تريغليسيري.

Résumé

Dans cette étude, nous avons caractérisé trois huiles issues de trois variétés d'oliviers à huile qui sont très répandues dans l'Est algérien : Limli, Blanquette et Bouricha. Les paramètres suivants ont été déterminés : caractéristiques physico-chimiques, composition en acides gras et composition en triglycérides. Les résultats obtenus ont montré que la variété Limli donne une huile plus insaturée que les deux autres variétés étudiées, soit en moyenne 84,23 % d'acides gras polyinsaturées contre 81,06 % et 79,13 % pour Bouricha et Blanquette respectivement. Ceci confère à cette huile une sensibilité aux oxydations. En effet, ses indices d'acide et de peroxyde sont les plus élevés (5,69 et 11,40 pour Limli, 4,28 et 9,98 pour Bouricha et 4,11 et 7,86 pour Blanquette. Cependant, la variété Bouricha est la plus intéressante sur le plan nutritionnel à cause de sa richesse en acides gras essentiels (14,26% de C 18:2 ω 6 et 0,77 % de C18:3 ω 3). Concernant la composition triglycéridique, la trioléine (OOO) est présente en quantité très importante dans les trois huiles avec une teneur plus élevée pour la variété Limli.

Mots clés : Huile d'olive ; Variétés ; Acides gras ; Triglycérides.

Abstract

In this study, we tried to characterize three oils resulting from three varieties of olive –trees wich are very wides pread in the East of Algeria, namely Limli, Blanquette and Bouricha. For that we have determined the following parameters: physico-chemicals characteristics, fatty acids composition and triglycerides composition. The results obtained showed that the Limli variety contains more unsaturated than the 2 other studied varieties: 84, 23% of AGPI against 81, 06% and 79, 13% for Bouricha and Blanquette respectively. This, confers on this oil sensitivity to oxidation, its peroxides and acid values are the highest (5,69 and 11,40 for Limli, 4,28 and 9,98 for Bouricha and 4,11 and 7,86 for Blanquette). However, the Bouricha variety is most interesting in the nutritional level because of its high concentration on essential fatty acids (14, 26% of C18:2 ω 6 and 0, 77% of C18:3 ω 3). For the triglycerides composition, triolein (OOO) is present in very large quantity in three oils, with a higher content for Limli.

Key words: Olive oil; Varieties; Fatty acids; Triglycerides.

 $Auteur\ correspondant:\ n_benrachou@yahoo.fr\ (Nora\ Benrachou)$

© Université Badji Mokhtar - Annaba (Algérie). 12

1. INTRODUCTION

Parmi toutes les matières grasses alimentaires, l'huile d'olive occupe une place de choix dans les traditions culinaires méditerranéennes dont elle a toujours fait partie. Par ailleurs, ses propriétés avérées et potentielles, lui ont valu d'occuper, ces dernières années, une place essentielle dans la recherche nutritionnelle moderne [1].

En terme de production, l'Algérie, pays du bassin méditerranéen, malgré un climat très favorable à la culture de l'olivier, se positionne largement après l'Espagne, l'Italie et la Tunisie qui sont de gros producteurs d'huile d'olive dans le monde. Elle possède. cependant. d'importantes ressources oléicoles dont les superficies actuelles sont de l'ordre de 180000 ha. Selon les projections du PNDA (plan national de développement agricole), ces superficies atteindront dans quelques années 583000 ha [2].

Malgré la richesse variétale de l'oliveraie algérienne, peu de travaux ont été entrepris pour évaluer la qualité des huiles produites, laquelle est devenue une priorité au regard des exigences du international et du Conseil marché Oléicole International. La qualité d'une huile l'ensemble de est ses caractéristiques physico-chimiques et sensorielles permettant son classement en les différentes catégories définies par la norme commerciale du Conseil Oléicole International COI (2001) [3].

La qualité de l'huile d'olive vierge est influencée par plusieurs facteurs, tels que les techniques culturales, les conditions saisonnières, l'état des drupes, le stade de maturation, la variété, la méthode de cueillette, les techniques d'extractions, etc. [4, 5].

Lors de notre recherche bibliographique, nous n'avons rencontré qu'un nombre restreint d'études systématiques s'intéressant aux cultivars locaux. Parmi ceux étudiées, citons la Chemlal, la Sigoise et l'Azeradj [6]. Il existe cependant plusieurs autres variétés à huile réputées qui, à notre connaissance, n'ont pas fait l'objet de recherche à ce jour. Parmi ces variétés, trois d'entre elles sont très répandues dans l'Est du pays, à savoir Limli, Bouricha et Blanquette. Ces trois variétés représentent environ 50% de l'oliveraie de l'Est Algérien, laquelle est répartie sur quatre aires oléicoles : Jijel, Mila, Skikda et Guelma [2].

pour Ce travail a objectif la caractérisation des huiles issues de ces trois variétés par la détermination de leurs caractéristiques physico-chimiques et leur composition en acides gras et en triglycérides. Ces données serviront notamment pour une éventuelle appellation d'origine contrôlée et leur protection contre les fraudes [7].

2. MATERIEL ET METHODES

2.1 Echantillons

Les olives ayant servi à l'extraction des huiles (5 kg d'olives pour chaque variété) sont prélevées au niveau de la station expérimentale d'arboriculture de Sidi-Aich (wilaya de Béjaia). L'extraction des huiles a été effectuée de manière traditionnelle au laboratoire juste après récolte des échantillons.

2.2 Présentation des variétés [8]

2.2.1 Limli

C'est une variété à huile assez précoce qui s'étend de l'oued Soummam, Sidi-Aich, Bejaia Ksar, Akbou jusqu'à Jijel à une altitude de 300 à 400 mètres environ. Elle représente prés de 8 % du verger oléicole algérien. Les fruits sont petits, de forme ovoïde et ont une teneur en huile de 15 à 16 %.

2.2.2 Blanquette

Cette variété à huile représente environ 20 % du verger oléicole de l'Est algérien. Elle est localisée surtout dans la région de Guelma et s'étend de l'oued El Kebir à la Tunisie. Les types de Blanquettes se confondent par des caractères constants avec la variété Chetoui du nord de la Tunisie. Ces variétés ont été surtout répandues par greffage depuis la période coloniale.

2.2.3 Bouricha

Elle représente environ 5 à 6% du verger oléicole. On la rencontre dans l'Est du pays. Son fruit est relativement gros (3 à 5 g) avec une teneur en huile de 16 à 20 %. Cette variété est utilisée en huilerie et en conserverie (olive de table).

2.3 Extraction

L'huile est obtenue par extraction à froid par la méthode traditionnelle qui consiste en un broyage, malaxage, ajout d'eau tiède (25 à 30°C), puis récupération de l'huile par décantation.

2.4 Méthodes d'analyses

2.4.1 Caractéristiques physicochimiques

Les échantillons sont filtrés à travers du sulfate de sodium et conservés à 4°C au réfrigérateur. Les méthodes utilisées pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques sont celles décrites dans la norme CEE [9].

La teneur en huile, qui est un paramètre de très grande importance économique, est déterminée par extraction à l'hexane.

L'acidité exprimée en gramme d'acide oléique par 100g d'huile, est la teneur de l'huile d'olive en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides. Elle est déterminée par titration d'une quantité d'huile dissoute dans un mélange éthanol/éther [1:1] par la potasse éthanoïque.

L'indice de peroxyde, exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile (meq/kg) est déterminé par oxydation de l'iodure de potassium avec libération d'iode et titration de celui-ci par le thiosulfate de sodium ; ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation des huiles.

L'indice de saponification représente la quantité de potasse exprimée en mg nécessaire pour transformer en savon les acides gras libres et les glycérides contenus dans un gramme de corps gras. Il permet de déterminer le poids moléculaire d'un corps gras. L'indice de déterminé saponification est en mélangeant un volume d'huile avec de la potasse suivie d'une titration avec de l'acide chlorhydrique.

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation de l'huile. C'est le nombre de grammes d'halogène fixé par 100 grammes de produit. Il est déterminé à l'aide du réactif de Wijs et titré avec une solution de thiosulfate de sodium.

La détermination de l'insaponifiable est basée sur la saponification de l'huile en milieu éthanolique et extraction de l'insaponifiable à l'éther éthylique.

Les coefficients d'extinction spécifique nous renseignent sur l'état d'oxydation des huiles dont la conséquence est la formation de produits primaires et secondaires, en particulier des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270 nm. Il est déterminé à l'aide d'un spectrophotomètre U.V/Visible (PERKIN-ELMER Lambda 2) utilisant une solution de 1% d'huile dans le cyclohexane.

L'indice de réfraction est mesuré à l'aide d'un réfractomètre d'ABBE à une température de 20°C.

2.4.2 Préparation et analyse des esters méthyliques d'acides gras

La chromatographie en phase gazeuse (C.P.G) est la principale technique pour évaluer le profil d'acides gras de l'huile d'olive.

Pour détermination la de la composition en acides gras, les esters méthyliques sont préparés selon la norme REG.CEE n°2568/91 [9] fixée par la réglementation européenne pour l'analyse de l'huile d'olive et autre matières grasse. Elle consiste à diluer 0,2 g d'huile dans 3 ml d'hexane avec 0,4 ml de potasse méthanolique 2N (1 ml). Le mélange réactionnel est agité au vortex pendant 2 min puis centrifugé. La phase supérieure contenant les esters méthyliques d'acides gras est prélevée pour l'analyse.

Les analyses sont réalisées à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse Carlo Erba type HRGC MEGA 2 série 8560 lié à un intégrateur enregistreur SP 800. Il est muni d'une colonne capillaire SUPELCO SP 2350 (60 m x 0,32 mm x $0,2 \mu m$) et d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) réglé à une température de 260°C. Le gaz vecteur est l'hydrogène (50 kPa). La température du four est programmée selon gradient le de température suivant : 200°C pendant 13 min; 200°C à 230°C à 6°C/min puis pendant17 min; le volume 230°C injecté est de 0,3 à 0,4 µl.

L'identification des pics est effectuée à l'aide de références d'acides gras réalisés dans les mêmes conditions.

2.4.3 Analyse des triglycérides

Les triglycérides sont déterminés par chromatographie haute performance (HPLC) selon la méthode donnée par l'U.I.C.P.A n°3.324 (HPLC) [10] allégée et complétée par la réglementation CE n° 1019/2002 [11]. Les échantillons sont analysés par HPLC sur une colonne en phase inverse C18 (type hyperclone, longueur : 250 mm ; diamètre : 4,6 mm) utilisant un chromatographe de type Thermo-separator produkts modèle P 2000 lié à un détecteur Shodex RI-SE 61 et un enregistreur-intégrateur modèle Mega serie SP 4270. Les conditions d'analyse sont les suivantes : détecteur infra rouge; le propionitrile comme phase mobile, débit de 0,40 ml/mn et une pression de 109 PSI ; le volume injectée : 3 µl ; colonne et précolonne thermostées à 35°C. L'identification des pics des triglycérides est effectuée au moyen d'un chromatogramme de référence d'huile de soja, décrit par la méthode ainsi que par des chromatogrammes HPLC des échantillons de référence d'huile d'olive obtenus [7,10,12-14]. L'étude de la structure glycérique d'une huile consiste à étudier la répartition des acides gras estérifiant les trois fonctions alcools du glycérol. Les triglycérides constituent en effet l'énorme majorité des glycérides des huiles. L'analyse de cette fraction permet donc de mieux connaître la nature des triglycérides des huiles et de déceler éventuellement la présence d'un autre type d'huile dans l'huile d'olive [7].

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Caractéristiques physico-chimiques

Les résultats obtenus (moyenne de 3 essais par analyse) ainsi que les normes internationales correspondantes [3,15] sont consignés dans le tableau 1.

L'huile de la variété Limli possède un indice d'acide et un indice de peroxyde plus élevés que ceux des variétés Bouricha et Blanquette, sans pour autant dépasser les valeurs maximales fixées par la norme internationale [3] (Tab. 1).

L'indice de saponification, spécifique à chaque huile, est plus élevé pour la variété Bouricha. Ceci montre qu'elle est moins riche en acide gras à longue chaîne que les deux autres huiles (ce paramètre étant inversement proportionnel à la longueur de la chaîne) [16].

L'indice d'iode qui donne une indication globale de l'insaturation de l'huile (présence d'acide gras insaturés) est également plus élevée pour l'huile de la variété Limli (91,57±0,04).

Les valeurs de l'indice de réfraction, paramètre qui caractérise une matière grasse et qui est en relation avec l'indice d'iode (il augmente proportionnellement au degré d'insaturation de la matière grasse) sont sensiblement plus élevées pour Limli; ce résultat confirme le résultat précédent sur l'indice d'iode.

Les valeurs obtenues pour l'extinction spécifique à 270 nm, montrent que l'huile de la variété Limli présente une extinction spécifique sensiblement plus élevée que les deux autres variétés. Ceci confirme sa faible oxydabilité. Les résultats obtenus pour l'extinction spécifique E270 pour les trois huiles sont comparables à ceux obtenus pour les huiles des variétés Chétoui et Chemlali au nord de la Tunisie [17] ainsi que pour certaines huiles italiennes [18]. Ces valeurs indiquent que les huiles d'olives étudiées ne contiennent que très peu de produits secondaires d'auto oxydation. Les valeurs les plus élevées sont observées avec l'huile la plus insaturée, c'est-à-dire celle de la variété Limli. Ces valeurs élevées sont peut être méthode d'extraction dues à la traditionnelle utilisée qui laisse des traces d'eau favorisant cette oxydation [5].

Par ailleurs, les résultats des différents indices se situent tous dans les limites de la norme CODEX et la norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive [3,15].

Tableau 1. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive relatives aux trois variétés

Variétés	Bouricha	Limli	Blanquette	Normes internationales
Caractéristiques			-	
Acidité libre (g d'acide oléique par 100 g d'huile)	2,14 ± 0,01	2,84 ± 0,03	$2,05 \pm 0,02$	< 3,3
Indice de peroxyde (meq d'O ₂ / kg d'huile)	9,98 ± 0,03	$11,\!40 \pm 0,\!01$	7,86 ± 0,12	< 20
Indice de saponification (en mg de KOH /g d'huile)	191,94 ± 0,02	190,66 ± 0,06	$185,\!44 \pm 0,\!03$	184 - 196
Indice d'iode (Wijs)	89,63 ± 0,33	91,57 ± 0,04	$79,01 \pm 0,04$	75 - 94
Insaponifiable (%)	1,37 ± 0,01	1,29 ± 0,01	1,26 ± 0,01	< 1,5
Teneur en huile (%)	16,77 ± 0,34	17,06 ± 0,18	$14{,}98\pm0{,}07$	-
Indice de réfraction	1,4680 ± 0,0001	1,4686 ± 0,0001	$1,4677 \pm 0,0001$	1,4677-1,4705
Extinction à 270 nm	0,18	0,24	0,21	< 0,30

3.2 Composition en acides gras

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 2 suivi de la figures 1 qui

résume les pourcentages moyens en acides gras principaux.

Variété Acide	Bouricha	Limli	Blanquette	Normes Internationales (COI) (2001)
Myristique C14:0	0,033 ± 0,005	0,043 ± 0,005	0,196 ± 0,015	0,0-0,1
Palmitique C16:0	$16,25 \pm 0,01$	$11,48 \pm 0,04$	$16,14 \pm 0,03$	7,5-20,0
Palmitoléique C16:1	$1,62 \pm 0,02$	$0,55 \pm 0,01$	$1,73 \pm 0,02$	0,3 - 3,5
Heptadécanoique C17:0	0,073 ± 0,005	$0,326 \pm 0,005$	$0,163 \pm 0,005$	< 0,5
Heptadécénoique C17:1	$0,076 \pm 0,005$	$0,300 \pm 0,010$	$0,203 \pm 0,015$	<0,6
Stéarique C18:0	$2,03 \pm 0,01$	3,06 ± 0,01	$3,44 \pm 0,02$	0,5-5,0
Oléique C18:1 (Δ9)	$60,56 \pm 0,01$	$69,04 \pm 0,13$	$64,93 \pm 0,20$	55,0-83,0
Vaccinique C18:1 ($\Delta 11$)	3,396 ± 0,005	$1,446 \pm 0,064$	$2,816 \pm 0,040$	-
Linoléique C18:2 w6	$14,26 \pm 0,01$	$11,84 \pm 0,04$	$8,60 \pm 0,14$	3,5 - 21,0
Arachidique C20:0	$0,45 \pm 0,01$	0,60 ± 0,03	0,50 ±0,02	< 0,6
Linolénique C18:3 w3	$0,77 \pm 0,01$	$0,65 \pm 0,02$	$0,58 \pm 0,01$	0,0-1,5
Gadoléique C20:1	0,36 ± 0,01	0,39 ± 0,01	$0,19 \pm 0,01$	< 0,4
Béhénique C22:0	$0,073 \pm 0,005$	$0,206 \pm 0,030$	$0,383 \pm 0,025$	< 0,2
lignocérique C24:0	$0,023 \pm 0,005$	0,036 ± 0,011	$0,036 \pm 0,005$	< 0,2
% Acides gras saturés	$18,93 \pm 0,01$	$15,76 \pm 0,07$	$20,87 \pm 0,03$	-
% Acides gras insaturés	81,06 ± 0,01	84,23 ± 0,07	$79,13 \pm 0,03$	-

Tableau 2. Pourcentage en acides gras des trois variétés de l'huile d'olive



1 : myristique , 2 : palmitique , 3 : palmitoléique , 4 : heptadecanoique , 5 : heptadecénoique , 6 : stéarique , 7 : oléique, 8 : vaccinique , 9 : linoléique, 10 : arachidique , 11 : linolénique , 12 : eicosanoique , 13 : béhénique. 14 : lignocérique . 15 : squaléne

Figure 1. Chromatogramme des esters méthyliques des acides gras de l'huile d'olive de Limli



Figure 2. Pourcentages moyens des principaux acides gras des trois variétés d'huile d'olive

Les résultats obtenus montrent que la composition en acides gras des huiles étudiées répond aux normes fixées par le Conseil Oléicole International (2001) [3].

En effet, les trois variétés sont très riches en acide oléique (C18: 1, ω 9). Le pourcentage de cet acide dans chacune des variétés étudiées est de 69,04 % pour la Limli, suivi de la Blanquette (64,9 %) et de Bouricha (60,5 %) (Fig. 1). Ces pourcentages sont proches de ceux des variétés Chemlali, Chétoui et Zelmati tunisiennes [20] qui sont respectivement de 60,62 %, 65,66 % et 62,15 % [19], ainsi que ceux des huiles AOC Françaises Aix-en-Provence et Vallée des Baux [20].

Ces résultats montrent que les trois variétés d'huiles d'olive renferment des quantités appréciables en acides gras essentiels, notamment la variété Bouricha qui en contient 14,26 % d'acide linoléique suivie des huiles des variétés Limli et Blanquette avec respectivement 11,84% et 8,60% de cet acide.

Par ailleurs, le pourcentage en acide linolénique, varie en moyenne entre 0,58 % et 0,77 % pour les trois variétés avec une légère prédominance de la variété Bouricha. Ces pourcentages restent inférieurs à 0,9 % relatif à la norme fixée par le CODEX alimentarus (2003) [15].

Quant aux acides gras gadoléique (C20:1), béhénique (C22:0) et

lignocérique (C24 :0), leurs pourcentages sont plus ou moins supérieurs aux normes selon la variété (Tab. 2).

Il est aussi intéressant de noter les pourcentages en acides linoléique (18:2, ω 6) et linolénique (18:3, ω 3) contenues dans les trois huiles, s'avèrent suffisantes pour prévenir un état carentiel en acides gras essentiel chez les personnes utilisant ces huiles comme matière grasse principale dans leur régime alimentaire [21].

Il faut également signaler que la composition en acides gras obtenue révèle une prédominance des acides gras mono insaturés pour la variété Limli soit 69,04%. Ces valeurs sont conformes à la norme de commercialisation des huiles d'olive [14] et sont aussi proches de celles des variétés tunisiennes Chemlali et Chétoui [5].

3.3 Composition en triglycérides

L'étude de la structure glycéridique des huiles a porté principalement sur les teneurs en triglycérides. Le tableau 3 donne les teneurs moyennes des principaux triglycérides des 3 variétés d'huiles étudiées et la figure 3 représente le chromatogramme des triglycérides de l'huile d'olive de la variété Bouricha.

NCE	N° pic	Variétés Triglycérides	Bouricha	Limli	Blanquette
	1	LLL	$1,06 \pm 0,03$	$2,86 \pm 0,02$	$3,24 \pm 0,01$
42	2	OLLn +PoLL	$1,71 \pm 0,06$	$2,15 \pm 0,07$	2,97 ± 0,01
	3	PLLn	$0,06 \pm 0,04$	$0,66 \pm 0,02$	$0,21 \pm 0,01$
	4	OLL	$4,10 \pm 0,01$	$3,33 \pm 0,04$	$2,64 \pm 0,02$
44	5	OOLn+PoOL	$1,27 \pm 0,06$	$0,73 \pm 0,03$	$1,93 \pm 0,01$
44	6	PLL+PoPoO	$2,11 \pm 0,03$	$0,89 \pm 0,16$	$1,43 \pm 0,02$
	7	POLn+PPoPo+PPoL	$0,85 \pm 0,05$	$0,42 \pm 0,09$	$2,20 \pm 0,01$
	8	OOL+LnPP	$12,70 \pm 0,02$	$15,04 \pm 0,03$	$12,41 \pm 0,02$
16	9	PoOO	$1,98 \pm 0,77$	$0,77 \pm 0,14$	$3,37 \pm 0,18$
40	10	PLO+SLL	$9,12 \pm 0,03$	$7,91 \pm 0,19$	$6,99 \pm 0,02$
	11	PoOP + oL+SPoPo + SOL	$1,\!68 \pm 0,\!04$	$2,\!48 \pm 0,\!10$	$1,89 \pm 0,01$
	12	PLP	$2,76 \pm 0,09$	$1,72 \pm 0,07$	$0,74 \pm 0,01$
48	13	000	$26,35 \pm 0,18$	$34,\!27 \pm 0,\!08$	$27,81 \pm 0,04$
	14	POO	$22,23 \pm 0,36$	$17,35 \pm 0,14$	$24,84 \pm 0,05$
50	15	РОР	5,51 ± 0,03	3,41 ± 0,10	5,21 ± 0,03
50	16	SOO	$3,82 \pm 0,05$	$4,43 \pm 0,06$	$0,13 \pm 0,04$
	17	POS + SLS	$2,07 \pm 0,1$	$1,51 \pm 0,04$	$1,94 \pm 0,04$

Tableau 3. Composition en triglycérides des trois huiles d'olive)

P: radical palmityl , $P_{O}\colon$ radical palmitoléyl , O: radical oléyl , L: radical linoléyl , $L_{n}\colon$ radical linolényl , S: radical stéaryl



Figure 3. Chromatogramme de la fraction triglycéridique de l'huile d'olive vierge de la variété Bouricha / 1-LLL, 2 – OLLn +PoLL, 3- PLLn, 4- OLL, 5-OOLn+PoOL, 6-PLL+PoPoO, 7-POLn + PPoPo + PPoL 8- OOL + LnPP, 9- PoOO, 10- PLO+SLL, 11 – PoOP + SPoL + SPoPo + SOL, 12- PLP, 13- OOO + PoPP, 14- POO, 15- POP, 16-SOO, 17- POS + SLS

N.B.: P : radical palmityl, Po : radical palmiloléyl, O : radical Oléyl, L : radical liniléyl, Ln : radical linolényl, S : radical stéaryl



Figure 4. Teneurs moyennes des principaux triglycérides des 3 variétés d'huiles d'olive

D'après cette figure, il existe 5 groupes de pics dont l'élution est faite selon le nombre d'équivalent carbone (NCE) qui est respectivement de 42, 44, 46, 48 et 50. Dans la zone correspondant à ECN =48 apparaît un pic important, la trioléine (OOO), caractéristique de l'huile d'olive. La trioléine (OOO) est présente en quantité très importante dans les trois huiles avec une teneur plus élevée pour Limli soit 34,27 %, et moins élevée pour Bouricha avec 26,35%..Ces valeurs sont proches de celles obtenues avec les huiles AOC Françaises Aix-en-Provence et Vallée des Baux [20]. Les structures triglycéridiques de palmitodioléate (POO) sont aussi présentes en quantités élevées (les teneurs varient de 24,84 % en moyenne pour Blanquette, 22,23% pour Bouricha et 17,35 % pour Limli).

Dans la zone correspondant à NCE = 46, les structures dioléolinoléate et linolénodipalmitate (OOL + LnPP) sont dominantes avec une teneur de 15,04 % pour Limli, 12,70 % pour Bouricha et pour Blanquette. Quant à 12,41 % l'ensemble de palmitolinoléyloléate et stéarodilinoléate (PLO+SLL), les pourcentages sont de 9,12 pour Bouricha, 7.91 pour Limli et 6,99 pour Blanquette. Cependant, 3,37% de palmitoléyldioléate (PoOO) est observée chez la variété Blanquette.

Dans la zone correspondant à NCE =

50, la palmityloléopalmitate (POP) est dominante avec 5,51 % en moyenne pour Bouricha, 5,21 % pour Blanquette et 3,41 % pour Limli , suivi de SOO (la valeur la plus faible est celle de la variété Blanquette)

Nous remarquons que l'acide linoléique est présent dans la plupart des triglycérides surtout en position α et $\dot{\alpha}$, position intéressante car la lipase pancréatique hydrolyse préférentiellement les acides gras en position 1 et 3. [22].

Ces résultats concordent avec ceux obtenus précédemment pour la teneur en acides gras des huiles des trois variétés.

4. CONCLUSION

L'analyse des caractéristiques physicochimiques des huiles issues des trois d'olivier variétés de la campagne 2005/2006 a montré qu'elles sont dans les normes internationales. Les pourcentages d'acidité sont compris entre 2 et 3,3 et permettent de les classer dans la catégorie des huiles d'olive vierges courantes [14]. Les indices de peroxyde sont assez élevés pour les trois huiles, mais inférieures aux valeurs maximales admises par les normes internationales, sensibilité montrant ainsi leur à l'oxydation.

La composition en acides gras a révélé que l'huile Limli est la plus insaturée. Elle est très riche en acides gras C18 : 2 ω 6 et C 18:3 ω3. Ces acides gras sont indispensables à l'alimentation humaine [1]. Les pourcentages de tous les acides gras obtenus pour les huiles des trois variétés, sont dans les normes commerciales ainsi que dans celles du CODEX Alimentarius [3, 15].

De même les structures triglycéridiques des huiles des trois variétés étudiées a permis d'identifier plusieurs espèces moléculaires de triacyl-glycérols, avec une prédominance de la trioléine (OOO), triglycéride caractéristique de l'huile d'olive, suivie de la palmitodioléate (POO) de la dioléolinoléine (OOL) et de la palmitooléolinoléine (POL). Les autres triglycérides sont très faiblement représentés. Ces résultats sont comparables à ceux obtenus avec d'autres huiles [1]. La quantité de chaque type de triglycéride varie d'une variété à une autre, mais la fraction de la trilinoléine (LLL) est supérieure à la norme du C.O.I [14]. Le pourcentage le plus élevé est observé avec la variété Blanquette et le plus faible avec celle de la Limli.

L'ensemble des résultats obtenus à partir de ces trois huiles et provenant de la saison 2005/2006, révèlent que les analyses doivent être réétudiées sur plusieurs saisons et sur différentes variétés.

Dans le but d'évaluer les qualités réelles de nos huiles et leur garantir la place qui leur revient sur le marché mondial des huiles d'olive, il faudrait sélectionner les meilleures variétés et de répandre leur culture à travers le territoire national pour aboutir à des appellations d'origine contrôlée (AOC) algériennes.

Références

[1] M. Iacoto et R.M. Dougherty, *Effects* of polyunsaturated fats on blood pressure, Annu .Rev. Nutr., Vol. 13, 1993, p.243.

[2] H. Rebour, *Situation actuelle de l'oléiculture en Algére, Alger,* 2005, p.1-6.

[3] C.O.I., Norme commerciale applicable à l'huile d'Olive et à l'huile de grignons d'olive, COI /T. 15/NC n°2/Rev.10, 2001.

[4] L. Abaza, M. Msallem, D. Daoud et M. Zarrouk, *Caractérisation des huiles de sept variétés d'oliviers tunisiennes*, OCL, Vol. 8, Issue 2, 2002, p.174-179.

[5] F.D. Daoudi, A. Cherif, *Etude* comparative des acides gras de quelques huiles d'olives tunisienne – Influence du procédé technologique d'extraction sur la qualité des huiles obtenues, Revue Française des Corps gras, Vol. 5, 1981, p.236-245.

[6] M. Talantikite, *Etude comparative des* principales variétés d'huiles d'olives d'Algérie. Influence du raffinage sur leurs qualités organoleptiques et nutritionnelles, INA, Alger, 1988.

[7] D. Olivier, *Recherche d'adultération dans les huiles végétales : application à la qualité des huiles vierges et notamment de l'huile d'olive,* Oléagineux, Corps gras, Lipides. 2003, Vol. 10, Issue°4, p. 315.

[8] C.O.I., *Catalogue mondiale des variétés d'oliviers*, 2000, p.31-36.

[9] Règlement (CEE) Européen N° 2568/91 de la commission du 11 juillet 1991, Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes y afférent, Journal Officiel n° L248 du 05/09/1991, p.1-0082.

U.I.C.P.A [10] 3.324 (06b), Determination of composition of triglycerides in liquid vegetable oils in terms of their equivalent carbon number high performance bv liauid chromatography, 7th Ed. Blackwell Scientific Publications-Oxford, UK. 1987.

[11] *Règlement (CE) n° 1019/2002 de la Commission du 13 juin 2002 relatif aux*

normes commercialisation de l'huile d'olive, Journal Officiel, 2002.

[12] M. Ollé et D. Furon, *Aspects récents de l'analyse des huiles vierges*, Revue Française des Corps gras, Vol. 35, 1988, p.63.

[13] W. Moreda, M.C. Perez-Camino, R. Mateos et A. Cert, *Improved method for the determination of triacylglycerols in olive oils by HPLC*, Grasas Aceites , Vol. 54, 2003, p.15.

[14] D. Olivier., J. Artaud, C. Pinatel., J.P. Durbec et M. Guerere, *Triacylglycerol and fatty acid composition of french virgin olive oils*, J. Agric. Food Chem., Vol. 51, 2003, p.195-207.

[15] Codex alimentarius, Food and Agriculture Organisation of the United Nations.World Healt Organisation, 2003, Via delle terme di Caracalla 00100 Rome, Italie.

[16] A.H. Harper, *Précis de Biochimie*, 4^e
Ed, Les Presses de l'Université de Laval, Québec, 1977, p26.

[17] R. Sellami, K. Ben Ammar et S. Arrathi, *La Tunisie Médicale*, Vol. 12,

1997, p.56-57.

[18] G. Procida et G.A. Cichelli, Contribution à la caractérisation des huiles d'olives produites en Istrie, Olivae, Vol. 62, 1996.

[19] W. Zarrouk , F.M. Haddada , B. Baccouri et I. Ousslati, *Characterization of virgin oil from Southern Tunisia*, J. Lipid .Science, Vol. 110, 2008, p.81-88.

[20] D. Olivier, C. Pinatel, N. Dupuy, M. Guérere et J. Artaud, *Caractérisation sensorielle et chimique d'huile d'olive vierge de six AOC française*, Oléagineux, Corps gras, Lipides, Vol. 14, Issue 2, 2007, p.141-149.

[21] A. Lapillonne, S.D. Clarke et W.C. Heird, *Plausible mechanisms for effects of long-chain polyunsaturated fatty acids on growth*, J. Pediatr., Vol. 143, 2003, p.226-238.

[22] D. Tome, *Des macronutriments alimentaires à la santé de l'homme*, INRA, Paris, 1995, p.13.

Impact d'une hyperhomocystéinémie sur les lipoprotéines plasmatiques et sur la structure hépatique du Rat des sables, *Psammomys obesus*

Fouzia Zerrouk¹, Khira Othmani-Mecif¹, Lila Khedis¹, Billel Chaouad¹, Adel Ghoul¹, Nabila Rezkallah², Samia Neggazi², Souhila Aouichat-Bouguerra², Mohamed El Hadi Cherifi³ et Yasmina Benazzoug¹

¹⁾ Laboratoire Biologie Cellulaire et Moléculaire, Biochimie et Remodelage de la Matrice Extracellulaire, Faculté des Sciences Biologiques, USTHB, BP 32 Bab Ezzouar, El Alia 16111, Alger, Algérie. ²⁾ Laboratoire Biologie et Physiologie des Organismes, Physiopathologie Cellulaire et Moléculaire, Faculté des Sciences Biologiques, USTHB, BP 32 Bab Ezzouar, El Alia 16111, Alger, Algérie. ³⁾ Laboratoire de Biochimie, CHU Parnet, Alger, Algérie.

Accepté le 28/07/2010

ملخص

أثبتت الدراسات خلال العقود الماضية بأن ارتفاع بروتين الهوموسيستيين يرتبط بأمراض قلبية. وأثبتنا نحن أيضا هذه النظرية لدى جرذان الرمل بحقن الميتونين بمقدار 70 ملغ في كلغ الواحد من إجمالي الوزن في اليوم و لمدة ستة أيام. الهدف من عملنا هو دراسة اثر ارتفاع الهوموسيستيين على كلغ الواحد من إجمالي الوزن في اليوم و لمدة ستة أيام. الهدف من عملنا هو دراسة اثر ارتفاع الهوموسيستيين على نسبة البروتينات الشحمية للبلازما من جهة ، و على بنية النسيجية للكبد لهدا الحيوان من جهة أخرى. إن المعالجة بنسبة البروتينات الشحمية للبلازما من جهة ، و على بنية النسيجية للكبد لهدا الحيوان من جهة أخرى. إن المعالجة بواسطة نسبة عالية من الميتونين لدى جرذان الرمل بحقن الميتونين بمقدار 70 ملغ في المع الجزء الموزن في اليوم و لمدة ستة أيام. الهدف من عملنا هو دراسة اثر ارتفاع الهوموسيستيين على نسبة البروتينات الشحمية للبلازما من جهة ، و على بنية النسيجية للكبد لهدا الحيوان من جهة أخرى. إن المعالجة بواسطة نسبة عالية من الميتونين لدى جرذان الرمل أدى إلى: ظهور البروتين الشحمي (a) ، ارتفاع نسبة البروتينات الشحمية الكثافة (LDL) و منخفضة الكثافة(LDL) ، وانخفاضا محسوسا للبروتين الشحمي (a) ، ارتفاع نسبة البروتينات الشحمية الكثافة (LDL) و منخفضة الكثافة (LDL) ، وانخفاضا محسوسا للبروتين الشحمية علية الشحمية عالية من الميتونين الرمل المصابة بارتفاع مستوى الهوموسيستيين مقرا لعدة تغيرات مركزة متمثلة في الكثافة (LHD). يعد الكبد لجرذان الرمل المصابة بارتفاع مستوى الهوموسيستيين مقرا لعدة تغيرات مركزة متمثلة في من الكثافة (لللياف ما بين الخلايا و المحيطة بالشرابين، تغير شكل النواة للخلايا الكبدية و تضخم الدسم في الأسجدة الكبدية.

الكلمات الأساسية: الميتونين؛ الهوموسيستبين؛ جرذ الرمال؛ تصلب الشراييني.

Résumé

Durant les dernières décennies, plusieurs études ont montré que l'hyperhomocystéinémie est associée aux maladies cardiovasculaires. Nous avons également mis en évidence, cette association chez le Rat des sables, *Psammomys obesus*. Un état d'hyperhomocystéinémie est installé par une administration chronique d'un excès de méthionine à raison de 70 mg/kg de poids corporel/jour durant 6 mois sur un modèle athéro-sensible à savoir *Psammomys obesus*. L'objectif de ce travail est d'analyser d'une part, l'impact de cette hyperhomocystéinémie sur les lipoprotéines plasmatiques et, d'autre part, sur la structure histologique et histochimique du foie de ce modèle. L'administration d'un excès de méthionine a provoqué chez Psammomys, l'apparition de la lipoprotéine (a), une augmentation des VLDL-LDL (Very Low Density Lipoprotein), molécules athérogènes et une diminution spectaculaire des HDL (High density lipoprotein), molécules cardioprotectrices. Le foie de *Psammomys obesus* hyperhomocystéinémique est le siège de plusieurs altérations focalisées représentées essentiellement par une fibrose interstitielle et périvasculaire, un changement de forme des noyaux des hépatocytes et une stéatose hépatique.

Mots clés : Méthionine ; Hyperhomocystéinémie ; Foie ; Psammomys obesus ; Athérosclérose.

Abstract

During the last decades, several studies showed that the hyperhomocysteinemia is associated with the cardiovascular diseases. Our study allowed to install a state hyperhomocysteinemia, resulting from a chronic administration of an excess of methionine (70 mg/kg corporal weight/day) for 6 months on an atherosensitive model *Psammomys obesus*, and to determine the effects of this state on plasma lipoproteins and on histochimic structure of the liver of this animal. The administration of an excess of methionine to

Auteur correspondant: fouzia.zerrouk@gmail.com (Fouzia Zerrouk)

Psammomys, provoked the appearance of lipoprotein (a), an increase of VLDL-LDL (Very low density lipoprotein and Low density lipoprotein) and a spectacular decrease of cardio-protective molecules (High density lipoprotein). The liver of hyperhomocysteinemic *Psammomys obesus* revealed many focused deteriorations represented essentially by an interstitial and perivascular fibrosis, a change of shape of hepatocyte nuclei and a liver steatosis.

Key-words: Methionine ; Hyperhomocysteinemia ; Liver; Psammomys obesus ; Atherosclerosis.

1. INTRODUCTION

Les maladies cardiovasculaires sont aujourd'hui dans le monde, la première cause de morbidité et de mortalité [1, 2]. L'hypertension, l'hypercholestérolémie, le diabète et le tabagisme sont des facteurs de risque reconnus [2-4]. Les données épidémiologiques recueillies au cours de ces trente dernières années laissent suggérer que d'autres facteurs biologiques pouvaient être associés à l'augmentation du risque de développer une pathologie cardiovasculaire [5-7]. Parmi ceux-ci, un intérêt croissant а été porté à l'hyperhomocystéinémie. Les premières observations cliniques ayant permis d'évoquer lien un entre hyperhomocystéinémie maladies et cardiovasculaires furent celles de jeunes présentant adultes une hyperhomocystinurie héréditaire [8, 9].

Rolland et al. [10] ainsi que d'autres [11-14], ont rapporté travaux que l'administration chronique d'un excès de méthionine provoque chez différents modèles animaux (porc, rat, gerbille, lapin souris respectivement) un et état d'hyperhomocystéinémie plus ou moins prononcé, ce qui ouvre la possibilité d'étudier les répercussions d'une hyperhomocystéinémie expérimentale sur les paramètres biochimiques plasmatiques et sur l'histologie des différents tissus.

Les études expérimentales ont montrée que l'homocystéine et les lipides sont toxiques non seulement au niveau des cellules vasculaires mais aussi au niveau des hépatocytes qui pourraient indiquer des interactions entre les deux voies [15,16]. L'interaction entre le métabolisme des lipides et l'homocystéine a été examinée chez plusieurs modèles animaux présentant une hyperhomocystéinémie et/ou une hypercholestérolémie [16-18]. Le modèle animal classique pour l'hyperhomocystéinémie est les souris déficientes en cystathionine bêta synthase homozygote (CBS^{-/-}). Ces animaux ont développé une stéatose hépatique et des lésions athérosclérotiques [18, 19].

Les données in vitro suggèrent que l'homocystéine intéragit avec un taux élevé de cholestérol en augmentant LDL l'oxydation des (low density lipoprotein) [20, 21]. Ces dernières sont fixées sur des cellules sanguines mononucléées via des récepteurs LOX-1 (lectin-like oxidized LDL receptor-1). patients Chez les hyperhomocystéinémiques, l'expression du gène LOX-1 est augmentée dans ces cellules, ainsi que la libération de TNFa (Tumor Necrosis Factor alpha) qui est élevée par la stimulation des LDL oxydées [22]. Un traitement par l'acide folique a mené à la normalisation des taux d'homocystéine accompagnée de la réduction d'expression du gène LOX-1 et de la libération de TNF α stimulée par les LDL-oxydées [22].

Chez l'homme, *in vivo*, Voutilainen et al. [23] ont mis en évidence une corrélation positive entre l'hyperhomocystéinémie et la peroxydation des lipides, et ceci par l'évaluation de la concentration plasmatique en isoprostanes F2.

Dans le cadre de ce présent travail, nous nous sommes intéressés à étudier l'effet d'un état d'hyperhomocystéinémie expérimentale, induit chez le rat des sables à savoir, *Psammomys obesus*, et d'analyser d'une part l'impact de cet état sur les lipoprotéines plasmatiques et d'autre part sur la structure histologique et histochimique du foie.

2. MATERIEL ET METHODES

2.1 Matériel biologique

Cette étude a été réalisée sur une espèce de rongeur : le Rat des sables « Psammomvs obesus ». gerbillidé déserticole provenant de la région d'Abadla à 150 km de Beni Abbas (30° 7 de latitude Nord et 2° 10 de longitude Ouest) au sud-ouest d'Alger, wilaya de Béchar. Ces rats sont répartis individuellement dans des cages en plastique équipées. La température de l'animalerie est maintenue constante à environ 25 °C, l'éclairage est réalisé par la lumière artificielle (12h/12h).

A leur arrivée, pendant la période d'adaptation (10 - 15 jours), les animaux continuent à recevoir *Suaeda mollis* (plante de leur biotope naturel) pendant quelques jours, puis cette nourriture est remplacée par des salicornes de la même famille que celle du désert poussant en bordure de mer (Anse de Kouali à Tipaza-Alger). La valeur énergétique est estimée à moins de 450 Calories par kg de plantes fraîches, la prise journalière de plante est de 50 g, l'animal reçoit donc 20 -22 Cal/jour [24].

Après la période d'adaptation, les femelles d'un poids corporel moyen de $94,75 \pm 18,58$ g sont réparties en un lot témoin (n=5) et un lot traité (n=7). Dans le cadre de ce travail. un état d'hyperhomocysteinémie induit est expérimentalement par l'administration chronique d'un excès de méthionine durant 6 mois. La DL méthionine (Sigma) dissoute dans une solution stérile de NaCl 0,9 % (la solution de méthionine est à 20 g/L) est injectée par voie intrapéritonéale à raison de 70 mg/kg de poids corporel/jour. Parallèlement aux expérimentés, les rats témoins recoivent des injections similaires de NaCl (solution à 0,9 %).

Pour l'ensemble des animaux, nous notons la consommation quotidienne et nous suivons l'évolution pondérale par une pesée hebdomadaire. En vue d'une l'évolution biochimique étude de plasmatique métabolique, des prélèvements sanguins sont réalisés mensuellement par des ponctions au niveau du sinus rétro-orbital de l'œil à l'aide d'une pipette pasteur préalablement citratée (23%).

Le sang aussitôt prélevé est centrifugé (800g pendant 10 minutes). Une partie du plasma fraîchement recueillie est utilisée directement pour les profils éléctrophorétiques des lipoprotéines (après 3 mois d'administration de méthionine), le reste est conservé à -80°C pour le dosage de l'homocystéine (dosage mensuel jusqu'au 6^{ème} mois d'administration).

2.2 METHODES

2.2.1 Méthodes analytiques

L'étude biochimique réalisée dans le cadre de ce travail a porté sur le dosage plasmatique de l'homocystéine par la technique FPIA (Fluorescence Polarization Immuno Assay), et l'électrophorèse des lipoprotéines sur gel d'agarose par la méthode de Kalwakami [25].

Cette technique FPIA comporte deux différentes étapes ; les formes d'homocystéine plasmatiques seront réduites d'abord sous forme d'homocystéine réduite libre en utilisant le dithiothreitol (DTT). Puis cette forme convertie en S-adénosylsera homocystéine (SAH) par la présence de l'adénosine et l'enzyme SAH hydrolase bovine.

La SAH et le traceur marqué à la fluorescéïne concurencent pour les sites sur les anticorps monoclonaux. L'intensité de la lumière fluorescente polarisée est mesurée par la FPIA optique.

Au terme de l'expérimentation, les animaux sont sacrifiés après anesthésie à l'uréthane 25 % à raison de 0,4 ml/ 100 g de poids corporel. Les foies prélevés sont soumis au protocole des techniques histologiques et histochimiques (fixation dans le Bouin aqueux et le formol à 10% pendant 4 jours, imprégnation et inclusion dans la paraffine, coupes de 5 µm d'épaisseur [26]).

La structure histologique du foie a été analysée grâce à la coloration au Trichrome de Masson (Variante de Goldner). L'étude histochimique comporte l'analyse des protéoglycannes (Coloration au Bleu alcian). des glycoprotéines (coloration à l'acide périodique-Schiff) et des lipides tissulaires grâce à la coloration au noir soudan [27].

2.2.3 Analyse statistique

Les valeurs représentent les moyennes \pm l'écart-type. La comparaison des moyennes est effectuée par le test *t* de Student.

Les variations des paramètres plasmatiques sont rapportées à celles du

temps T0. La différence est jugée significative en seuil 1%.

3. RESULTATS

3.1 Evolution du poids corporel

Les résultats obtenus montrent que l'évolution pondérale des animaux soumis à la méthionine est similaire à celle des animaux témoins pendant le 1er mois (Fig.1). En fin d'expérimentation, nous notons une augmentation d'environ 14% du poids corporel des animaux témoins et une diminution d'environ 7% chez les animaux soumis à la méthionine par rapport au T0.

3.2 Evolution de l'homocystéinémie

L'homocystéinémie des animaux témoins (Fig.2) varie avec une valeur maximale d'environ 3 µmol/L (valeur moyenne 2,07 µmol/L). Chez les rats des sables soumis à un excès de méthionine, elle est 3, 5 et 7,6 fois plus importante au 2^{ème}, 5^{ème} et 6^{ème} mois respectivement. En d'expérimentation, fin l'hyperhomocystéinémie atteint une valeur de 20,05 \pm 7,77 µmol/L (vs de 2,63 \pm 2,01 µmol/L au temps T0).



Figure 1. Evolution du poids corporel des rats témoins et des rats soumis à la méthionine (* Moyenne du poids des Psammomys soumis à la méthionine vs des témoins. * P < 0.05; *** P < 0.001)

26



Figure 2. Evolution de l'homocystéinémie (µmol/L) chez Psammomys obesus témoins et des rats soumis à la méthionine

3.3 Les lipoprotéines plasmatiques

L'analyse des lipidogrammes concernant les animaux témoins et les rats des sables soumis à la méthionine pendant 3 mois (Tab.1, Fig.3) mettent en évidence une diminution significative de 70,4% des HDL (P< 0,01) et une augmentation de 35,1% du taux des VLDL-LDL. Chez les animaux soumis à l'injection de méthionine, nous avons noté l'apparition dès le 3^{ème} mois d'expérimentation, de la lipoprotéine a.

Tableau 1. Lipoprotéines plasmatiques (%) chez Psammomys soumis à la méthionine pendant 3 mois

Trois mois après le début de l'expérimentation (T3)				
	HDL (%)	VLDL-LDL (%)	Lp a (%)	
Témoins	$59,2\pm7,2$	$50,27\pm7,2$	Absente	
+ méthionine 3 mois	17,54 ± 19,45**	67,92 ± 31,33	14,58 ± 15,33	

Les valeurs représentent les moyennes affectées de l'écart type. * Lipoprotéines plasmatiques des rats soumis à la méthionine vs des rats témoins. ** P< 0,01.



Psammomys témoin



Psammomys soumis à la méthionine pendant trois mois de traitement

Figure 3. Profils électrophorétiques des lipoprotéines plasmatiques chez Psammomys obesus témoins et ceux soumis à la méthionine pendant trois mois

L'analyse morphologique du foie de Psammomys témoins montre, qu'il est formé d'un grand nombre d'unités fonctionnelles, les lobules, de forme hexagonale avec à leur centre la veine centro-lobulaire entourée par du parenchyme hépatique (Fig. 4). A ce cellules hépatiques niveau. les se disposent en files radiaires, appelées travées de Remak. Entre ces lames cellulaires, anastomosées, se situent les capillaires sinusoïdes. Ils amènent le sang des espaces portes et débouchent dans la veine centro-lobulaire.

Aux angles de contact des lobules biliaires, se situent les espaces portes, petits amas conjonctifs qui contiennent les vaisseaux sanguins et les voies excrétrices biliaires (Fig.5).

Les hépatocytes sont des cellules polyédriques et parfois cubiques (Fig.6), avec un cytoplasme granuleux, et sont de deux types, mononuclés et binucléés. Les noyaux sont arrondis, plus ou moins volumineux.

3.5 Etude histologique, histochimique du foie de *Psammomys* soumis à la méthionine

Comparées aux témoins, les coupes histologiques du foie de Psammomys soumis à la méthionine pendant 6 mois, ont permis de révéler plusieurs altérations structurales caractérisées par une autour des différentes accumulation structures vasculaires de matériel conjonctif, notamment les collagènes (Fig. 7a), les protéoglycannes (Fig. 7b), et les glycoprotéines (Fig.7c et 7d). Cette accumulation est également observée entre les cellules (Fig. 8), provoquant ainsi une fibrose périvasculaire et interstitielle. Ces modifications se manifestent par une augmentation de l'intensité de la coloration au vert lumière, au bleu alcian et à l'acide périodique-Schiff (APS).

Nous avons également noté la présence d'amas cellulaires très modifiés envahis par un important dépôt de matériel conjonctif, essentiellement les collagènes colorés en vert par le trichrome de Masson (Fig. 9a et 9b), et les protéoglycannes colorés en bleu par le bleu alcian (Fig. 9c). Ces amas correspondent probablement à des hépatocytes ayant subi un phénomène de nécrose. Par ailleurs, les noyaux des hépatocytes subissent un changement de forme, ils deviennent très denses et irréguliers (Fig. 10a et 10b).

Nous avons observé une augmentation de la lumière des capillaires sinusoïdes chez ces animaux soumis à la méthionine (Fig. 11), qui apparaissent remarquablement dilatés, et semblent présenter des bifurcations.

Le foie de Psammomys soumis à la méthionine est le siège d'une véritable stéatose hépatique (Fig. 12), où la majorité des cellules hépatiques présentent un cytoplasme encombré de vacuoles lipidiques, donnant au tissu hépatique un aspect spongieux, de couleur claire par rapport à la teinte brune du foie normal. Ces vacuoles ont été mises en évidence par la coloration au noir soudan (Fig. 13). L'intensité des cellules possédant des vacuoles lipidiques est plus importante autour des veines centro-lobulaires et des espaces portes (Fig. 14).



Figure 4. Coupe histologique de foie de Psammomys témoins montrant une veine centro-lobulaire entourée par les hépatocytes et les capillaires sinusoïdes (Trichrome de Masson G X100).

AH	artère hépatique
CB	canal biliaire
Coll	collagènes
CS	capillaire sinusoïde
FR	fibrose
GP	glycoprotéines
Н	hépatocyte
Hb	hépatocyte binucléé
Hm	hépatocyte mononuclé
nH	noyau d'hépatocyte
PG	protéoglycannes
TC	tissu conjonctif
VCL	veine centrolobulaire
VP	veine porte



Figure 5. Coupe histologique de foie de Psammomys témoins montrant une veine porte de nature conjonctif et un canal biliaire, entourés par les hépatocytes (Trichrome de Masson G X100).



Figure 6. Coupe histologique de foie de Psammomys témoins montrant des hépatocytes mononuclées et binucléées (Trichrome de Masson G X140.)



Figure 7. Coupes histologiques de foie de Psammomys hyperhomocystéinémique montrant l'augmentation du tissu conjonctif vasculaire notamment les collagènes (Trichrome de Masson G X100, 5a), des protéoglycannes (bleu alcian G X 40, 5b) et des glycoprotéines (APS X 40, 5c et 5d).

AH	artère hépatique
CB	canal biliaire
Coll	collagènes
CS	capillaire sinusoïde
FR	fibrose
GP	glycoprotéines
Н	hépatocyte
Hb	hépatocyte binucléé
Hm	hépatocyte mononuclé
nH	noyau d'hépatocyte
PG	protéoglycannes
TC	tissu conjonctif
VCL	veine centrolobulaire
VP	veine porte



Figure 8. Coupe histologique de foie de Psammomys soumis à la méthionine montrant une fibrose interstitielle (Trichrome de Masson G X100).







Figure 9. Coupes histologiques de foie de Psammomys soumis à la méthionine permettant d'observer un amas cellulaire envahis par les collagènes (Trichrome de Masson G X100, G X 120, 7a et 7b) respectivement, et les protéoglycannes (bleu alcian G X 100, 7c).



Figure 10. Coupe histologique de foie de Psammomys soumis à la méthionine : les noyaux des hépatocytes subissent un changement de forme, ils deviennent très denses et irréguliers (Trichrome de Masson G X120, G X 120, 8a et 8b.)



Figure 11. Coupe histologique de foie de Psammomys soumis à la méthionine montrant une dilatation des capillaires sinusoïdes (Acide périodique-Schiff, G X100).



Figure 12. Coupe histologique de foie de Psammomys soumis à la méthionine mettant en évidence une stéatose hépatique (*) (trichrome de Masson, G X100).



Figure 13. Coupe histologique de foie de Psammomys soumis à la méthionine indiquant la présence de vacuoles lipidiques (noir soudan, G X100).



Figure 14. Coupe histologique de foie de Psammomys soumis à la méthionine montrant des vacuoles lipidiques autour la veine porte (Acide périodique-Schiff, G X40).

4. DISCUSSION

L'étude réalisée a concerné l'influence d'une hyperhomocystéinémie expérimentale sur les lipoprotéines plasmatiques ainsi que sur la structure du foie chez le rat des sables, *Psamommys obesus*, reconnu comme modèle athérosensible.

Notre protocole expérimental repose sur l'induction d'un état d'hyperhomocystéinémie par administration en injection intrapéritonéale pendant 6 mois, de 70 mg de méthionine /kg de poids corporel /jour chez *Psamommys obesus*, est en accord avec celle citée par différents auteurs [10, 28, 29].

Au terme de l'expérimentation, nos résultats mettent en évidence l'installation d'une hyperhomocystéinémie chez le rat des sables *Psamommys obesus*. En effet elle atteint la valeur de 20,05 \pm 7,77 µmol/L vs 1,95 \pm 0,15 µmol/L chez les rats des sables témoins. Notre résultat est en accord avec celui observé par divers auteurs [10-14] sur différents modèles animaux (porc, rat, gerbille, lapin et souris).

L'analyse par électrophorèse horizontale des lipoprotéines plasmatiques

chez Psamommys soumis à la méthionine pendant 3 mois, a révélé des profils affichant une augmentation des taux VLDL-LDL reconnus comme étant des lipoprotéines très hautement athérogènes, car elles véhiculent le cholestérol estérifié vers les cellules pariétales [30,16]. Cette augmentation des VLDL-LDL est associée à une diminution spectaculaire du taux des HDL. molécules cardioprotectrices puisqu'elles permettent l'efflux de cholestérol vers le foie [16,31]. Des résultats similaires ont été observés chez des souris (C β S^{-/-} / apo E^{-/-}) hyperhomocystéinémiques [32]. En outre, certains travaux [23] ont rapporté que l'administration de la L-méthionine chez les gerbilles, a augmenté non seulement l'homocystéinémie, mais aussi la cholestérolémie et les LDL cholestérol plasmatiques. Velez-Carrasco et al. [33] ont rapporté qu'un régime enrichi en méthionine engendre chez des souris déficientes en apolipoprotéine E, une diminution du taux des HDL. Devlin et Lentz [15] ont confirmé l'existence d'une positive corrélation entre l'hyperhomocystéinémie le et métabolisme lipidique.

L'analyse de nos résultats permet de noter l'apparition de la lipoprotéine (a) après administration à la méthionine. La lipoprotéine (a) serait un marqueur additionnel à l'athérosclérose [34]. D'autres auteurs [35, 36] montrent qu'un taux élevé de Lp (a) est associé avec une augmentation du risque cardiovasculaire.

Ces altérations pourraient impliquer le stress oxydatif. En effet, les travaux réalisés sur le foie de rat ont montré qu'un régime enrichi en méthionine ou en homocystéine augmente la peroxydation lipidique hépatique [37, 38] et plasmatique et diminue l'activité antioxydante [38, 39].

Sur le plan histologique, plusieurs modifications sont enregistrées. Les préparations histologiques du foie mettent en évidence une accumulation du tissu conjonctif caractérisée essentiellement par

une accumulation de collagènes, de protéoglycannes et de glycoprotéines au niveau des espaces intercellulaires et périvasculaires. Cette accumulation est estimée par l'augmentation de l'intensité de la coloration au vert lumière, au bleu alcian et à l'acide périodique-Schiff respectivement. Par ailleurs, nous avons noté une augmentation de l'épaisseur des parois de l'ensemble de l'espace porte et la veine centro-lobulaire. Nos résultats sont en accord avec ceux obtenus chez le lapin [40], et le rat Wistar [41]. De même, Matté et al. [38] ont noté une importante fibrose au niveau des coupes histologiques du foie chez des rats soumis à des injections d'homocystéine pendant 28 iours. L'accumulation du matériel conjonctif peut être expliquée par une augmentation synthèse de la des macromolécules de la matrice extracellulaire ou une diminution de leur dégradation [42].

Chez les rats des sables hyperhomocystéinémiques, l'observation des coupes de foie, met en évidence un dépôt important de matériel conjonctif qui envahit des amas cellulaires très modifiés. Cette altération a été précédemment observée chez Psammomys soumis à un régime hypercholestérolémique [43]. Ces amas correspondent probablement à des hépatocytes ayant subi une nécrose (leurs novaux ont une forme irrégulière et sont denses), ou à une infiltration cellulaire qui résulterait d'une augmentation de la perméabilité des parois vasculaires aux leucocytes [44].

Une augmentation de la lumière des capillaires sinusoïdes a été observée chez *Psammomys* soumis à la méthionine. Ces capillaires apparaissent remarquablement dilatés, et semblent présenter des bifurcations. Un résultat similaire a été noté chez le lapin [40] et le rat Wistar soumis à la méthionine [41].

Le foie de *Psammomys* soumis à la méthionine est le siège d'une véritable stéatose hépatique, où le cytoplasme de la majorité des cellules hépatiques est chargé

de vacuoles lipidiques, donnant au tissu hépatique un aspect vésiculeux et clair par rapport aux foies d'animaux témoins. L'intensité des cellules possédant des vacuoles lipidiques est plus marquée autour des veines centro-lobulaires et des espaces portes. Cette observation est en accord avec celle rapportée dans d'autres études [34, 37, 39].

5. CONCLUSION

Notre étude a permis d'une part, d'installer état un d'hyperhomocystéinémie, résultat d'une administration chronique d'un excès de méthionine à raison 70 mg/kg de poids corporel/jour durant 6 mois chez un modèle athéro-sensible à savoir Psammomys obesus ; et d'autre part, de déterminer les effets de cet état sur les lipoprotéines plasmatiques et sur la structure histochimique du foie de cet animal.

L'hyperhomocystéinémie a provoqué chez *Psammomys*, l'apparition de la lipoprotéine (a), une augmentation des molécules athérogènes VLDL et LDL et une diminution spectaculaire des molécules cardioprotectrices HDL. Ce résultat pourrait être complété par une étude détaillée des différentes sous fractions des lipoprotéines plasmatiques.

Les changements structuraux révélés par les techniques histologiques et histochimiques appropriées montrent que l'administration de la méthionine altère fortement non seulement la structure histologique mais également la composition histochimique du foie mettant en exergue une modulation de la composition ou remodelage de la matrice extracellulaire hépatique. Ce remodelage peut être abordé par une analyse des métalloprotéinases matricielles impliquées.

Références

[1] J.C. Guilland, A. Favier, G. Potier de Courcy, P. Galan et S. Hercberg, L'hyperhomocystéinémie : Facteur de risque cardiovasculaire ou simple marqueur ? -1. Données fondamentales, Path. Biol., Vol. 51, 2003, p. 101-110.

[2] B. Baudinb et A. Cohena, *Données* épidémiologiques des maladies cardiovasculaires et prise en charge des accidents cardiovasculaires, Revue Francophone des Laboratoires, Vol. 409, 2009, p. 27-39.

[3] Y. Zhang, E.T. Lee, R.B. Devereux, J. Yeh, L.G. Best, R.R. Fabsitz et B.V. Hpward, *Prehypertention, diabetes, and cardiovascular disease risk in a population-based sample the strong heart study*, Hypertention, Vol. 47, 2006, p. 410-420.

[4] C. Vesin, M.H. Horellou, S. Mairesse, J. Conard, M. Safar et J. Blacher, *Homocystéine et risque cardiovasculaire*, Sang Thrombose Vaisseaux, Vol. 19, 2007, p. 143-149.

[5] K. Demuth, S. Drunat, J.L. Paul et N.
Moati, *Hyperhomocystéinémie et athérosclérose*, Médecine/Science, Vol.
16, 2000, p. 1081-1090.

[6] F. Yang, H.M. Tan et H. Wang, *Hyperhomocysteinemia* and *atherosclerosis*, Acta Physiologica Sinica, Vol. 57, Issue 2, 2005, p. 103-114.

[7] C. de Jaeger, N. Fraoucene, E. Voronska et P. Cherin, *Role of homocysteine in pathology*, Médecine et Longévité, Vol. 2, Issue 2, 2010, p. 73-86

[8] K.S. McCully, Vascular pathology of homocysteinemia: implications for the pathogenesis of arteriosclerosis, Am. J. Pathol., Vol. 56, 1969, p. 111-128.

[9] S.H. Mudd, J.D. Finkelstein, F. Irrevere et L. Laster, *Homocystinuria : an*

enzymatic defect, Science, Vol. 143, 1964, p. 1443-1445.

[10] P.H. Rolland, A. Friggi, A. Barlatier, P. Piquet, V. Latrille, M.M. Faye, J. Guillou, P. Charpiot, H. Bodard, O. Ghiringhelli, R. Calaf, R. Luccioni et D. Garçon, *Hyperhomocysteinemia-Induced Vascular Damage in the Minipig. Captopril-Hydrochlorothiazide Combination Prevents Elastic Alterations*, Circulation, Vol. 91, 1995, p. 1161-1174.

[11] M. Yagisawa, N. Okawa, N. Shigematsu et R. Nakata, *Effects of intravenous betaine on methionineloading-induced plasma homocysteine elevation in rats*, J. Nutr. Bio., Vol. 15, 2004, p. 666-671.

[12] N. Hidiroglou, G.S. Giliani, L. Long, X. Zhao, R. Madere, K. Cockell, B. Belonge, W.M.N. Ratnayake et R. Peace, *The influence of dietary vitamin E, fat, and methionine on blood cholesterol profile, homocysteine levels, and oxidizability of low density lipoprotein in the gerbil*, J. Nutr. Bio., Vol. 15, 2004, p. 730-740.

[13] K. Othmani-Mecif, Hyperhomocysteinemie et teneurs lipidiques aortiques chez le lapin adulte et nouveaux nés, Congrès de la nouvelle Société Française d'athérosclérose (NSFA), Biarritz, France, 2007.

[14] G. Chwatko, G.H.J. Boers, K.A. Strauss, D.M. Shih et H. Jakubowski, *Mutations in methylenetetrahydrofolate reductase or cystathionine-syntase gene, or a high-methionine diet, increase homocysteine thiolactone levels in humans and mice*, F.A.S.E.B. J., Vol. 21, 2007, p. 1707-1713.

[15] A.M. Devlin et S.R. Lentz, *ApoA-I*, *A Missing Link Between Homocysteine and Lipid Metabolism?*, Circ. Res., Vol. 98, 2006, p. 431-433. [16] R. Obeid et W. Herrmann, *Homocysteine and lipids: S-Adenosyl methionine as a key intermediate*, F.E.B.S., Vol. 583, 2009, p. 1215-1225

[17] N. Hidiroglou, M.E. Camilo, H.C. Beckenhauer, D.J. Tuma, A.J. Barak, P.F. Nixon et J. Selhub, *Effect of chronic alcohol ingestion on hepatic folate distribution in the rat*, Biochem. Pharmacol., Vol. 47, 1994, p. 1561-1566.

[18] M. Watanabe, J. Osada, Y. Aratani, K. Kluckman, R. Reddick, M.R. Malinow N. Maeda, Mice deficient et in cystathionine *beta-synthase:* animal mild models for and severe homocyst(e)inemia, Proc. Natl. Acad. Sci., Vol. 92, 1995, p. 1585-1589.

[19] K. Namekata, Y. Enokido, I. Ishii, Y. Nagai, T. Harada et H. Kimura, *Abnormal lipid metabolism in cystathionine beta-synthase-deficient mice, an animal model for hyperhomocystéinémie*, J. Biol. Chem., Vol. 279, 2004, p. 52961-52969.

[20] M. Nagase, K. Ando, T. Nagase, S. Kaname, T. Sawamura et T. Fujita, *Redox-Sensitive Regulation of LOX-1 Gene Expression in Vascular Endothelium*, Biochem. Biophys. Res. Commun., Vol. 281, 2001, p. 720-725.

[21] B. Pfanzagl, Ascorbate is particularly effective against LDL oxidation in the presence of iron (III) and homocysteine/cysteine at acidic pH, Bioch. Biophysica. Acta., Vol. 1736, Issue 3, 2005, p. 237-243.

[22] K.B. Holven, H. Scholz, B. Halvorsen, P. Aukrust, L. Ose et M.S. Nenseter, *Hyperhomocysteinemic Subjects Have Enhanced Expression of Lectin-Like Oxidized LDL Receptor-1 in Mononuclear Cells*, J. Nutr., Vol. 133, 2003, p. 3588-3591. [23] S. Voutilainen, J.D. Morrow, L.J. Roberts, G. Alfthan, H. Alho, K. Nyyssonen et J.T. Salonen, *Enhanced in vivo lipid peroxidation at elevated plasma total homocysteine levels*, Arterioscler. Thromb. Vasc. Biol., Vol.19, 1999, p. 1263-1266.

[24] Petter F., *Repartition géographique et écologie des rongeurs désertiques de la region paléarctique*, Mammalia, Vol. 25, 1961, p. 222.

[25] K. Kalwakami, A rapid electrophoretic method for the detection of serum Lp (a) lipoprotein, Clin. Chem. Acta., Vol. 185, 1989, p. 147-156.

[26] M. Gabe, *Techniques histologiques*,Ed. Masson et Cie, Paris, 1968, p. 42-53;67-88; 110-122.

[27] R. Martoja et M. Martoja, *Initiation aux techniques de l'histologie animale*, Ed. Masson et Cie, Paris, 1967, p. 68-85.

[28] R. Griffiths, N. Tudball et J. Thomas, Effect of induced elevated plasma levels of homocysteine and methionine in rats on collagen and elastin structures, Connect. Tissue Res., Vol. 4, 1976, p. 101-106.

[29] L. Raaf, S. Aouichat-Bouguerra, G. Kacimi, M.P. Jacob et Y. Benazzoug, *Méthionine, arteriosclérose et vieillissement*, Congrès de la nouvelle Société Française d'athérosclérose (NSFA), Biarritz, France, 2004.

[30] H. Wieland, D. Seidel, V. Wiegand et H. Kreuzer, *Serum lipoproteins profile* and coronary artery disease (CAD). Comparaison of the lipoprotein profile with the results of coronary angiography, Atherosclerosis, Vol. 36, 1980, p. 269-280.

[31]E.J. Schaefer,D.M. Foster,L.L. Jenkins,F.T. Lindgren,M. Berman,R.I. LevyetH.B.Brewer,The

composition and metabolism of high density lipoprotein subfractions, Lipids, Vol. 14, 1979, p. 511-522.

[32] D. Liao, H. Tan, R. Hui, Z. Li, X. Jiang, J. Gaubatz, F. Yang, W. Durante, L. Chan, A.I. Schafer, H.J. Pownall, X. Yang et H. Wang, *Hyperhomocysteinemia Decreases Circulating High-Density Lipoprotein by Inhibiting Apolipoprotein A-I Protein Synthesis and Enhancing HDL Cholesterol Clearance*, Cir. Res., Vol. 99, 2006, p. 598-606.

[33] W. Velez-Carrasco, M. Merkel, C.O. Twiss, J.D. Smith, *Dietary methionine effects on plasma homocysteine and HDL metabolism in mice*, J. Nut. Biochem., Vol. 19, Issue 6, 2008, p. 362-370.

[34] H. Mezdour, H.J. Parra, G. Aguie-Aguie et J.C. Fruchart, *La lipoprotéine (a) un marqueur additionnel de l'athérosclérose*, Ann. Biol. Clin., Vol. 48, 1990, p. 139-153.

[35] S.J. Suk Danik, N. Rifai, J.E. Buring et P.M. Ridker, *Lipoprotein (a), measured* with an assay independent of apolipoprotein (a) isoform size, and risk of future cardiovascular events among initially healthy women, JAMA, Vol. 296, 2006, p. 1363-1370.

[36] K. Aasvee, M. Jauhiainen, E. Kurvinen, I. Tur, J. Sundvall, T. Roovere et A. Baburin, *Determinants of risks factors of atherosclerosis in the postinfarction period : The Tallinn MI Study Scand*, J. Clin. Lab. Invest., Vol. 66, 2006, p. 191-199.

[37] S.M. Lynch et J.J. Strain, *Increased hepatic lipid peroxidation with methionine toxicity in the rat*, Free Rad. Res. Comm., Vol. 5, 1989, p. 221-226.

[38] C. Matté, F.M. Stefanello, V. Mackedanz, C.D. Pederzolli, M.L. Lamers, C.S. Dutra-Filho, M.F. dos Santos et A.T.S. Wyse, *Homocysteine induces oxidative stress, inflammatory infiltration, fibrosis and reduces glycogen/glycoprotein content in liver of rats,* Int. J. Dev. Neurosc., Vol. 27, Issue 4, 2009, p. 337-344.

[39] M. Toborek, E. Kopieczna-Grzebieniak, M. Drozdz, M. Wieczorek, Increased *lipid peroxidation* as а mechanism of *methionine-induced* atherosclerosis in rabbits. Atherosclerosis, Vol. 115, 1995, p. 214 -7.

[40] K. Othmani-Marabout Mecif, A. Messili, A. Boutebel, L. Raaf, M. Jacob et Y Benazzoug, *Methionine et gestation chez la lapine Oryctolacus cuniculus. Impact sur l'aorte et le foie*, 1^{er} Congrès de la nouvelle Société Française d'athérosclérose (NSFA), Biarritz, France, 2004.

[41] Y. Benazzoug, L. Raaf, N. Rezkallah, K. Othmani-Mecif, F. El Lemdani, S. Aouichat-Bouguerra et M.P. Jacob, *Méthionine et remodelage de la matrice* *extracellulaire vasculaire chez Rattus norvegicus*, 1^{er} Congrès de la nouvelle Société Française d'athérosclérose (NSFA), Biarritz, France, 2004.

[42] A. Bescond, T. Augier, C. Chareyre, D. Garçon, W. Hornebeck et P. Charpiot, *Influence of homocysteine on matrix metalloproteinase-2: activation and activity*, Biochem. Biophys. Res. Commun., Vol. 263, 1999, p. 498-503.

Hamlat, [43] N. S. Neggazi, Υ. Benazzoug, G. Kacimi, M. Ardjoun, S. Bouguerra, **Biochimie** Aouichat et morphohistochimie du foie chez. Psammomys obesus suite à un régime athérogène, 2^{èmes} Journées Scientifiques du Laboratoire de Biologie et Physiologie des Organismes, USTHB, Alger, Algérie, 7 mars 2006.

[44] W.Y. Fu, N.P. Dudman, M.A. Perry et X.L. Wang, *Leukocytes extravation in acute homocysteinemic rats*, Atherosclerosis, Vol. 161, 2002, p. 177-183.
Taux des lipides et des protéines et composition en acides gras du tissu comestible des crustacés et des mollusques pêchés en Algérie : Effet du halofénozide (RH-0345) sur la composition en acides gras de *Penaeus kerathurus* (Crustacé, Décapode).

Samira Gheid¹, Safia Nadji² et Mohamed El Hadi Khebbeb³

 ¹⁾ Département de Biologie, Université de Tébessa, Algérie.
 ²⁾ Département de Biologie, Université de Biskra, Algérie.
 ³⁾ Laboratoire de Biologie Animale Appliquée, Département de biologie, Faculté des sciences, Université d'Annaba, 23000, Annaba, Algérie.

Accepté le 28/07/2010

ملخص

هذا العمل يتناول در اسة بروتينات والليبيدات الغير مشبعة للقشريات و الرخويات. وتقييم التأثيرات الثانوية لمركب غير ستيريويدي منافس للاكديستيريويدات الهالوفينوزيد على أحماض دهنية لنوع من القشريات. من خلاله قمنا بتحديد البروتينات و الليبيدات و الأحماض الدهنية المكونة لعضلة ثلاثة أنواع من الرخويات ذوي الصدفتين . (*Cardium glaucum, Ruditapes decussatus , Mytilus galloprovincialis Cardium glaucum, Ruditapes decussatus , Mytilus galloprovincialis Penaeus kerathurus, Aristeus antennatus , Parapenaeus) و إلى لحم* ثلاثة *i*نواع من القشريات عشرية الأرجل (*Cardium glaucum, Ruditapes decussatus , Mytilus galloprovincialis Penaeus kerathurus, Aristeus antennatus , Parapenaeus) و إلى لحم* ثلاثة *Penaeus kerathurus, Aristeus antennatus , Parapenaeus) و إلى لحم تلاثة انواع من القشريات عشريات عشرية الأرجل (KH-0345) للاماض الدهنية للحم <i>Reauus secturus, antennatus) و الي لحم تلاثة الواع من القشريات عشريات عشرية الأرجل (KH-0345) للاماض الدهنية للحم kerathurus) و الي لحم تلاثة النواع من القشريات من 10 الدينية الم كان الثانوية لل <i>Cardius ويروينات ليس لها تغير معنوي (بروتينات من 9 إلى 11 ghu purguy ويروينات ليس لها تغير معنوي (بروتينات من 9 إلى 11 ghu purguy ويروينات ليس لها تغير معنوي (بروتينات من 9 إلى 11 ghu purguy ويروينات ليس لها تغير معنوي (بروتينات من 9 إلى 11 ghu purguy وينات ليس لها تغير معنوي (بروتينات من 10 إلى 19 إلى 10 ghu purguy معنو ولا وكماض الدهنية الخير مشبعة والأحماض الدهنية المعرمين من 7 إلى 11 ghu purguy ويروينات ليس لها تغير معنوي (بروتينات من 19 إلى 10 ghu purguy من 7 إلى 11 ghu purguy ويروينات الس ولاها للدهنية الكلية). معالجة 10 ghu purguy والأحماض الدهنية والى 10 ghu purguy والي 10 ghu purguy والي والي 10 ghu purguy ويروينات والي والم من 7 إلى 11 ghu purguy ويروينات من 18 إلى 19 ghu purguy ويروي ولي قيمة الأحماض الدهنية الأحماض الدهنية المالي والى 19 ghu purguy ويروي والي والي والي والي 10 ghu purguy ويروي والم مان الماني والي والي مان والم مان الماني والي والي والي والأحماض الدهنية الأحماض الدهنية الأحماض الدهنية الأحماض الدهنية الأحماض الدهنية الأحماض الروتي والي والي مالي والي والي والي*

الكلمات المفتاحية: قشر يات؛ رخويات؛ الهالوفينوزيد؛ بروتينات؛ ليبيدات؛ أحماض الدهنية.

Résumé

Ce travail porte sur la valorisation de l'apport en protéines et en lipides insaturés des crustacés et des mollusques et sur l'évaluation des éventuels effets secondaires d'un agoniste non stéroïdal des ecdystéroïdes, le halofénozide (RH-0345) sur la composition en acides gras d'un crustacé. La composition en protéines, en lipides et celle en acides gras du muscle de 3 espèces de mollusques bivalves (*Cardium glaucum, Ruditapes decussatus* et *Mytilus galloprovincialis*) et de la chair de 3 crustacés Péneidés (*Penaeus kerathurus, Aristeus antennatus* et *Parapenaeus longirostris*) sont déterminées. Nous avons également évalué les effets secondaires du RH-0345 sur la composition en acides gras des lipides totaux de la chair de *Penaeus kerathurus*. Chez les mollusques, les taux de protéines et de lipides ne sont pas significativement différents (protéines : 9 à 11 µg/mg de tissu, lipides : 8 à 9 µg/mg de tissu). Chez les crustacés, les taux de protéines : 7 à 11 µg/mg de chair, lipides : 1,8 à 3 µg/mg de chair) et la teneur en acides gras insaturés est élevée notamment celle des acides gras polyinsaturés (jusqu'à 20% des acides gras totaux). Chez *P. kerathurus*, le traitement au RH-0345 effectué à une dose unique utilisée dans la lutte contre les moustiques (3,14 µg/l) entraîne une réduction significative (P<0,05) de la teneur en acides gras monoinsaturés et une augmentation de celle des saturés.

Mots clés : Crustacés ; Mollusques ; Halofénozide ; Protéines ; Lipides ; Acides gras.

Abstract

The aim of this work was to develop the nutritional valorization of proteins and unsaturated lipids of crustaceans and molluscs and to evaluate the possible effects of an agonist of the ecdysteroïdes, the halofenozide (RH-0345) on the fatty acid composition of the flesh total lipids of *Penaeus kerathurus* (Crustacean). Content of protein, lipid and fatty acid composition of the eatable part of 3 species of molluscs

Auteur correspondant: elhadi.khebbeb@univ-annaba.org (Mohamed El Hadi Khebbeb)

(*Cardium glaucum, Ruditapes decussates, Mytilus galloprovincialis* and shrimps *Penaeus kerathurus, Aristeus antennatus, Parapenaeus longirostris*) were evaluated. Effect of RH-0345 on the fatty acid composition of the flesh total lipids of *Penaeus kerathurus*, fished from the gulf of Annaba (Algeria) were also evaluated. Obtained results showed that content of mollusc proteins and lipids were not significantly different (protein: $9 - 11 \mu g/mg$, lipid: $8 - 9 \mu g/mg$ of tissue) but crustacean proteins were significantly higher than lipids (protein: $7 - 11 \mu g/mg$, lipid: $1.8 - 3 \mu g/mg$ of tissue) and the unsaturated fatty acid content was important in particular the polyunsaturated fatty acids (up to 20% of the total fatty acids). In *P. kerathurus*, RH-0345 treatment at $3.14\mu g/l$ (dose used against mosquitoes) involved a significant reduction of the monounsaturated fatty acids and an increase of the saturated fatty acids amounts.

Key words: Crustaceans; Molluscs; Halofenozide; Proteins; Lipids; Fatty acids.

1. INTRODUCTION

Les mollusques bivalves ainsi que les crevettes jouent un rôle prépondérant dans le transfert de la matière organique et constituent d'excellents indicateurs de la pollution du milieu marin environnant [1]. Ils constituent également un apport alimentaire riche en protéines et en lipides insaturés [2]. Il apparaît ainsi que la consommation de ces aliments exercerait un effet cardioprotecteur qui est dû à la nature des acides gras présents dans les tissus comestibles [3, 4]. Les lipides, les protéines et les glucides sont connus comme étant des précurseurs énergétiques mais ils jouent aussi un rôle important dans plusieurs processus physiologiques [3, 5]. Les lipides, notamment par le biais des prostaglandines, sont impliqués dans défense immunitaire. la la neurophysiologie chez les insectes en général et les crustacés et mollusques en particulier et surtout dans la reproduction lors de la ponte [4]. Les protéines jouent un rôle fondamental dans l'organisme de toutes les espèces biologiques vivantes. Constituants principaux des tissus, elles interviennent dans la formation des gamètes comme source énergétique [6].

Cependant, certains facteurs environnementaux et particulièrement les polluants d'origine industrielle et domestique pourraient agir sur la composition biochimique de ces espèces. La présence de ces facteurs dans le milieu marin a des effets sur les organismes aquatiques ; les effets létaux se traduisent par de graves troubles physiologiques ou par la mort, alors que les effets sublétaux se manifestent par des perturbations du métabolisme [7].

Parmi ces facteurs, les pesticides place importante, occupent une notamment les régulateurs de croissance benzoylhydrazines, (IGRs), dont les considérés comme étant les premiers agonistes nonstéroidaux des ecdystéroides qui induisent une mue précoce et incomplète chez plusieurs ordres d'insectes. Un de ces IGRs. le halofénozide (RH-0345) est de plus en plus utilisé en agriculture, particulièrement contre les lépidoptères [8] en mimant l'activité biologique de la 20-hydroxyecdysone (20E) des insectes [9], car cette hormone contrôle plusieurs processus physiologiques comme la mue et la reproduction [10]. Par leur action, ces pourraient avoir IGRs des effets secondaires sur des organismes non ciblés tels les crustacés ayant les mêmes processus physiologiques contrôlés par les mêmes hormones [9]. L'objectif de cette étude est d'évaluer la composition en lipides et en protéines et l'apport en acides gras polyinsaturés des tissus comestibles de mollusques (muscles) et de crustacés (chair) ainsi que l'éventuel impact du halofénozide sur la composition en acides gras de la chair de Penaeus kerathurus.

2. MATERIEL ET METHODES

2.1 Echantillonnage et élevage

Les mollusques bivalves adultes des deux sexes *Cardium glaucum*, *Ruditapes*

decussatus sont récoltés au niveau de la lagune d'El Mellah (Est Algérien) alors que Mytilus galloprovincialis provient des tables conchylicoles de la même lagune. Les crustacés (Penaeus kerathurus, Aristeus antennatus Parapenaeus et longirostris) sont péchés au large du golfe de Annaba. Seuls les crustacés des deux sexes arrivés au stade de développement « D » correspondant à l'intermue sont utilisés. Les individus des 6 espèces sont immédiatement pesés et le muscle des mollusques ainsi que la chair des crevettes sont prélevés, pesés et utilisés pour le dosage des lipides et des protéines ainsi que pour l'analyse de la composition en acides gras. Pour l'évaluation des effets du femelles halofénozide. les de Р. kerathurus (6 par aquarium) sont placées dans des aquariums de $1m \times 0.35m x$ 0,65m (L,l,H), à 25 °C, 37 ‰ de salinité et une photopériode naturelle. L'oxygénation est assurée par une pompe à air et l'eau est filtrée par une pompe filtrante en continu. Les animaux sont nourris tous les deux jours avec de la chair fraîche de moules et de poissons.

2.2 Extraction et dosage des lipides et des protéines

Les lipides et les protéines de la partie comestible des échantillons de mollusques et de crevettes sont extraits [11] et estimés par colorimétrie [12, 13].

2.3 Traitement au halofénozide

femelles de Р. Les kerathurus nouvellement exuviées en prémue sont traitées au halofénozide à la dose de 3.14 $\mu g/l$ dans l'eau d'élevage. dose correspondant au 1/4 de la DL50 et utilisée dans la lutte contre les moustiques [8]. Après 8 jours, (période durant laquelle la femelle termine son stade de développement par une mue), la chair est prélevée et la composition en acides gras

des lipides totaux est déterminée par chromatographie en phase gazeuse [14].

2.4 Analyse des acides gras

Les acides gras des lipides totaux du muscle des mollusques et de la chair de P. kerathurus témoin et traitée au halofénozide séparés sont par Chromatographie en Phase Gazeuse (chromatopack C P 437 A, colonne capillaire CPWA X 58 CB, 30 m long et 0.32 mm diamètre interne, gaz vecteur H₂ à 25 ml/min) et identifiés par comparaison avec un mélange d'acides gras standards (Sigma) [14].

Les résultats sont exprimés par une moyenne suivie d'un écart type (m±s). Les moyennes entre elles sont comparées par le test « t » de Student au seuil 5%.

3. RESULTATS

3.1 Concentrations en protéines et en lipides dans le muscle des mollusques et la chair des crustacés

Les résultats montrent que les taux de différents protéines ne sont pas significativement (P>0,05) chez les mollusques et les crustacés, alors que les taux lipidiques de la chair des crustacés plus significativement faibles sont (P<0,05) par rapport à ceux évalués dans le muscle des mollusques.

3.2 Composition en acides gras totaux chez les mollusques et les crustacés

Les acides gras majoritaires chez les mollusques (Fig. 2) sont représentés par les acides palmitique et stéarique (C16:0 et C18:0) et à un degré moindre l'acide laurique (C14:0). Parmi les acides gras insaturés, le taux d'acide linoléique (C18:2) varie selon l'espèce étudiée de 10 à 20% des acides gras totaux.



Figure 1. Concentrations en protéines et en lipides ($\mu g/mg$ de tissu) dans le muscle des mollusques (A, B et C) et la chair des crustacés (D, E et F). ($m\pm s$, n=6; *:P<0,05). (A: R. decussatus; B: C. glaucum; C: M. galloprovincialis; D: P. kerathurus; E: A. antennatus; F: P. longirostris)



Figure 2. Composition en acides gras (%) des lipides du muscle chez les mollusques. $(m\pm s, n=6)$

Chez les crustacés (Fig. 3) le profil en acides gras totaux de la chair est différent de celui des mollusques. En effet, les acides gras majoritaires sont représentés par les acides gras insaturés principalement les acides oléique (C18:1) et linoléique (C18:2). Ces résultats illustrent bien l'excellent apport des crustacés en lipides insaturés qui sont actuellement connus pour leurs propriétés antiathérogènes [15].



Figure 3. Composition en acides gras (%) des lipides de la chair chez les crustacés ($m\pm s$, n=6).

3.3 Effet du halofénozide

Le traitement au halofénozide pendant 8 jours à la dose de $3,14\mu g/l$ d'eau d'élevage entraîne chez la femelle de *P. kerathurus* une diminution significative (P<0,05) des acides gras monoinsaturés

(Acides oléique et palmitoléique, C18:1 et C16:1) ainsi qu'une augmentation significative (P<0,05) des acides gras saturés (Acides palmitique et stéarique, C16:0 et C18:0) (Fig.4).



Figure 4. Effet du RH-0346 (halofénozide) sur la composition en acides gras (%) des lipides de la chair des femelles de Penaeus kerathurus. $(m\pm s, n=6)$ (* : Significativement différent par rapport au témoin correspondant au seuil 5%).

4. DISCUSSION

Les organismes marins en général et les mollusques et les crustacés en particulier

représentent une source de protéines et de lipides de bonne valeur nutritionnelle en

alimentation humaine. L'apport en acides gras insaturés confère aux lipides de ces espèces un rôle antiathérogène et cardioprotecteur chez l'homme [16-18].

Dans ce travail, nous avons déterminé la composition en protéines, en lipides et en acides gras du muscle de 3 espèces de mollusques bivalves (Cardium glaucum, **Ruditapes** decussatus et *Mytilus* galloprovincialis) et de la chair de 3 crustacés Péneidés (Penaeus kerathurus, **Parapenaeus** Aristeus antennatus et longirostris). résultats obtenus Les montrent que les tissus comestibles des mollusques et des crustacés contiennent des taux de protéines équivalents conformément aux tables de composition alimentaire [2]. Le muscle des mollusques contient plus de lipides que la chair des mais l'analyse crustacés, de la composition en acides gras de ces tissus montre que les crustacés sont plus riches gras insaturés en acides que les mollusques. Ces résultats, proches des tables de composition alimentaire [2] l'intérêt nutritionnel justifient et commercial qui pousse à l'élevage de masse des crustacés réalisé à proximité de zones agricoles ce qui augmente le risque de contamination des crustacés par les pesticides et les polluants [19].

Nous avons donc évalué les éventuels effets secondaires d'un agoniste non stéroïdal des ecdystéroïdes. le halofénozide (RH-0345) sur la composition en acides gras de la chair de la crevette, P. kerathurus. Ce pesticide est largement utilisé dans la lutte contre les particulièrement lépidoptères les moustiques [8], en accélérant le mécanisme de la mue et en agissant sur le processus de la reproduction [20].

Le traitement au RH-0345 a été effectué sur des femelles de *P. kerathurus* durant 8 jours à la dose de $3,14\mu g/l$ d'eau d'élevage. Cette dose correspond au quart de la DL50 utilisée dans la lutte contre les moustiques [8; 20]. Les résultats obtenus montrent que le traitement entraîne une diminution des acides gras monoinsaturés

et une augmentation des acides gras saturés. Ces variations pourraient avoir des conséquences sur la reproduction car il a été montré que chez la majorité des invertébrés les acides gras insaturés jouaient un rôle important dans la maturation des œufs et dans le mécanisme de la ponte [3; 4] notamment par le biais des prostaglandines et des éicosanoïdes. Ces résultats sont à approfondir mais ils montrent la sensibilité des espèces marines à diverses sources de pollutions et ils appellent à la vigilance dans le choix des zones d'élevage des crustacés et des mollusques ainsi que sur la qualité de l'eau utilisée.

Références

[1] D.E. Conners et A.H. Ringwood, *Effect of glutathione depletion on copper cytotoxicity in oyster (Crassostrea virginica)*, Aquatic Toxicology., Vol. 50, 2000, p. 341-349.

[2] J.C. Favier, *Répertoire général des aliments: Table de composition*, Tec & Doc. Eds., Paris, 1985

[3] D.W. Stanley-Samuelson, *Prostaglandins and related eicosanoids in insects*, Adv. Insect Physiol., 1994, p. 24-115.

[4] D.W. Stanley-Samuelson et V.K. Pedibothla, *What can we learn from prostaglandins and related eicosanoids in insects*, Insect Biochem. Molec. Biol., Vol. 26, Issue 3, 1996, p. 223-234.

[5] R.G.H. Downer, *Lipid metabolism*, in Comprehensive insect Physiology, Biochemistry and Pharmacology, G.A. Kerkut, L.I. Gilbert, Eds, Vol. 10, 1985, p.75-114, Pergamon, Oxford.

[6] P. Borsa, B. Millet, *Recruitment of the clam Ruditapes decussatus in the lagoon of than Mediterranean*, Estuar. Coast. Shelf sci., Vol. 35, 1992, p. 1-12.

[7] R. Van der Oost, J. Beyerm et N.P.E. Vermeulen, *Fish bioaccumulation and biomarkers in environmental risk assessment: a review*, Environmental Toxicology and Pharmacology, Vol. 13, 2003, p. 57-149.

[8] M. Hami, F. Taibi, G. Smagghe et N. Soltani-Mazouni, *Comparative toxicity of three ecdysone agonist insecticides against the Mediterranean flour moth*, Comm. Appl. Biol. Sci, Ghent University, Vol. 70, Issue 4, 2005 p. 767.

[9] K.D. Wing, *RH-5849, a non steroidal ecdysone agonist: effects on a Drosophila cell line*, Sciences, Vol. 241, 1988, p. 464-469.

[10] G. Gäde, K.H. Hoffman et J.H. Spring, *Hormonal regulation in insets: Facts, Gaps, and future directions,* Physiol. Rev., Vol. 77, Issue 4, 1997, p. 963-1032.

[11] S. Shibko, P. Koivistoinen, C. Trapinec, A. Newhall et L. Friedman, A method for the sequential quantitative separation and determination of protein, RNA, DNA, lipid and glycogen from a single rat liver homogenate or from sub cellular fraction, Anal. Biochem., Vol. 19, 1966, p. 415-528.

[12] G.J. Goldsworthy, W. Mordue et J. Guthkelch, *Studies on insect adipokinetic hormones*. Gen. Comp. Endocrinol., Vol. 18, Issue 3, 1972, p. 545.

[13] M.M. Bradford, A rapid and sensitive method for the quantification of micrograms quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding, Anal. Biochem., Vol. 72, 1976, p. 278-284.

[14] G. Clément et J. Bézard, Technique

de dosage par chromatographie gazliquide d'un mélange d'acides gras, du butanoïque au docosanoïque, C.R. Acad. Sci., Vol. 253, 1961, p. 564-566.

[15] Y.S. Huang, S.L. Pereira et A.E. Leonard, *Enzymes for transgenic biosynthesis of long-chain polyunsaturated fatty acids*, Biochimie, Vol. 86, Issue 11, 2004, p. 793-798.

[16] M.L. Daviglus, J. Stamler, A. J. Orencia, A.R. Dyer, K. Liu et P. Greenlund, *Fish consumption and the 30 year risk of fatal myocardial infarction*, New England Journal of Medicine, Vol. 336, 1997, p. 1046-1053.

[17] T.A. Mori, L.J. Beilin, V. Burke, J.
Morris et J. Ritchie, *Interactions between dietary fat, fish, and fish oils and their effects on platelet function in men at risk of cardiovascular disease.*Arteriosclerosis, Thrombosis & Vascular Biology, Vol. 17, 1997, p. 279-286.

[18] J.N. Din, D.E. Newby et A.D. Flapan, *Omega 3 fatty acids and cardiovascular disease-fishing for a natural treatment*, British Medical Journal, Vol. 328, Issue 7430, 2004, p.30-35.

[19] J.P. Wu et H.C. Chen, *Effects of* cadmium and zinc on oxygen consumption, ammonium excretion and osmoregulation of white shrimp (*Litopenaeus vannamei*), Chemosphere, Vol. 57, 2004, p. 1591-1598.

[20] G. Smagghe, E. Vinuela, H. Van Limbergen, F. Budia et L. Tirry, Non steroidal moulting hormon agonists: effects on protein synthesis and cuticle formation, Entomol. Exp. Appl., Vol. 93, Issue 1, 1999.

Profil des ecdystéroïdes durant la métamorphose et rapport avec le cycle cuticulaire chez *Ephestia kuehniella* (Insecta, Lepidoptera, Pyralidae)

Samira Yezli-Touiker et Nadia Soltani-Mazouni

Laboratoire de Biologie Animale Appliquée, Département de Biologie, Faculté des Sciences, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algérie.

Accepté le 28/07/2010

ملخص

Ephestia kuehniella زيلر تسمى عثة الطحين تسبب أضرار أساسا إلى مخزون الطحين والسميد. وهى أيضا مصدرا للحساسية تسبب الربو والتهاب الأنف. هذه الدراسة هي نهج الفسيولوجية التي تهدف إلى تحديد توقيت إفراز مصدرا للحساسية تسبب الربو والتهاب الأنف. هذه الدراسة هي نهج الفسيولوجية التي تهدف إلى تحديد توقيت إفراز الجليد وار تباطه مع افراز هرمون الانسلاخ خلال تطور العذارى الإناث. هرمون الانسلاخ يستخرج من الجسم كله وتحسب كميته بشكل فردي بطريقة المعايرة الانزيمومناعية باستخدام أجسام مضادة وتحسب كميته بشكل فردي بطريقة المعايرة الانزيمومناعية باستخدام أجسام مضادة وتحسب كميته بشكل فردي بطريقة المعايرة الانزيمومناعية باستخدام أجسام مضادة وتحسب كميته بشكل فردي بطريقة المعايرة الانزيمومناعية باستخدام أجسام مضادة وتحسب كميته بشكل فردي بطريقة المعايرة الانزيمومناعية باستخدام أجسام مضادة وتحسب كميته بشكل فردي بطريقة المعايرة الانزيمومناعية باستخدام أجسام مضادة وتحسب كميته بشكل فردي بطريقة المعايرة الانزيمومناعية باستخدام أجسام مضادة وتحسب كميته بشكل فردي بطريقة المعايرة الانزيمومناعية باستخدام أجسام مضادة وتحسب كميته بالله فردي بطريقة المعايرة الانزيمومناعية باستخدام أجسام مضادة وتحسب كميته بالله فردي بطريقة المعايرة الان المعايرة القديمة والجديدة حددت على مقاطع نصف رقيقة للجليد معدة بطريقة المجهر الالكتروني. مستويات هرمون الانسلاخ خلال الأيام الخمسة الأولى من طور الانسلاخ العذري يظهر بتسجيله ذروة واحدة في اليوم الخامس سمك القشرة تزداد مع التقدم في السن، وتبلغ ذروتها في اليوم الثالث من طور الحضانة والذي يتزامن مع عواري هر الحالي الجديد يكون مباشرة بعد عموايه ويبلغ الحد الأقصى (±7,27) في اليوم التاسع من طور العذاري.

الكلمات المفتاحية: Ephestia kuehniella؛ هر مونات؛ الجليد؛ المجهر الإلكتروني.

Résumé

Ephestia kuehniella Zeller (Lepidoptera, Pyralidae) appelée communément pyrale de la farine est un ravageur majeur des denrées stockées. Cette espèce est aussi une source allergénique qui provoque l'asthme et des rhinites. La présente étude est une approche physiologique qui vise à déterminer la chronologie de la sécrétion de la cuticule et ses corrélations avec le profil de l'hormone de mue au cours du développement des chrysalides femelles. Les épaisseurs de l'ancienne et de la nouvelle cuticule ont été déterminées sur des coupes semi-fines du tégument préparées selon la technique conventionnelle de microscopie électronique à transmission. Le dosage de l'hormone de mue (ecdystéroïdes) a été réalisé individuellement dans les extraits de corps entier de chrysalides femelles avec une méthode enzymo-immunologique utilisant un anticorps polyclonal de lapin, un traceur la peroxydase et un révélateur la tetraméthyl benzidine. L'évolution des taux hormonaux au cours de la métamorphose montre un seul pic localisé à cinq jours. L'épaisseur de la cuticule nymphale présente un maximum au troisième jour de la vie nymphale. La nouvelle cuticule adulte est secrétée immédiatement après l'apolyse; elle mesure 7,27 \pm 0,05 µm à la veille de l'exuviation adulte (9 jours).

Mots clés : Ephestia kuehniella ; Métamorphose ; Hormones ; Ecdystéroïdes ; Cuticule.

Abstract

Ephestia kuehniella Zeller (Lepidoptera, Pyralidae) commonly called Mediterranean flour moth causes damage mainly to stocks of flour and semolina. This study is a physiological approach and aimed the determination of the cuticle cycle in order to establish temporal correlations with the molting hormone level during the development of female pupae. Molting hormone was extracted from whole body and measured by an enzyme immunoassay using a rabbit polyclonal antibody, peroxydase as a tracer, and tetramethyl benzydine as reagent. The thickness of both old and new cuticles was determined on semi-thin sections of integument prepared following the conventional technique of transmission electron microscopy. The hormonal amounts present a single peak that occurs at day 5 following pupal ecdysis. The thickness of the pupal cuticle increased during the pupal development reaching a maximum at day 3. The new adult cuticle is secreted immediately after the apolysis (day 3) and reached a thickness of 7.27 \pm 0.05 µm at the adult ecdysis (day 9). The peak of ecdysteroid content coincides with the apolysis and could be related with initiation of the new cuticle.

Auteur correspondant: nadia_mazouni@yahoo.fr (Nadia Soltani-Mazouni)

Key words: Ephestia kuehniella; Metamorphosis; Hormone; Ecdysteroids; Cuticle.

1. INTRODUCTION

Les processus de développement et de reproduction chez les insectes sont contrôlés par deux principales hormones : l'hormone de mue (ecdystéroïdes) qui est un stéroïde polyhydroxylé responsable du déclenchement de la mue, et l'hormone juvénile, un sesquiterpène, qui détermine la nature de la mue [1-6]. La cuticule et son contrôle endocrinologique constituent potentielles des cibles spécifiques recherchées pour le développement de nouvelles molécules pesticides dans la lutte contre les ravageurs des cultures [7]. (Lepidoptera, *Ephestia* kuehniella Pyralidae) est un insecte ravageur majeur des denrées stockées. C'est un modèle biologique utilisé dans notre laboratoire et qui a fait l'objet de plusieurs travaux portant sur l'impact d'un inhibiteur de la synthèse de la chitine, le flucycloxuron, sur le développement et la sécrétion cuticulaire [8], et sur le potentiel reproducteur et l'épaisseur du chorion [9]. Les mimétiques de l'hormone de mue constitue une nouvelle classe d'insecticides sélectifs provoquant des mues létales précoces [10]. Ces molécules ont un grand potentiel d'utilisation dans la lutte contre les ravageurs des denrées stockées particulièrement contre les Lépidoptères [11]. Récemment, nous avons montré chez E. kuehniella que le tebufenozide est le plus efficace parmi les trois agonistes des ecdystéroïdes testés [12] et qu'il affecte le potentiel reproducteur [13]. Nos connaissances sur l'endocrinologie de cette espèce sont toutefois insuffisantes. C'est pourquoi, la présente étude vise à déterminer les taux des ecdystéroïdes dans les extraits de corps entier des chrysalides femelles et d'établir d'éventuelles corrélations entre les taux hormonaux et la sécrétion cuticulaire au cours de la métamorphose chez *E. kuehniella*. Les résultats acquis serviront de base à des expérimentations sur les nouveaux régulateurs de croissance des insectes agissant sur les principales hormones de développement [6, 7, 11].

2. MATERIEL ET METHODES

2.1 Matériel biologique

Ephestia kuehniella est un Lépidoptère ravageur des denrées stockées aui provoque des dégâts principalement aux stocks de farine et de blé. C'est un modèle biologique commode de laboratoire. L'élevage se fait dans des bocaux contenant de la farine et fermés avec du tulle. Les conditions optimales de développement sont une température de 27 °C et une humidité relative de 80 %.

2.2 Dosage immuno-enzymatique des ecdystéroïdes

Les ecdystéroïdes ont été extraits du corps entier et dosés par une méthode immuno-enzymatique (EIA) [14], utilisée précédemment [15]. Brièvement, le dosage est réalisé avec un anticorps polyclonal de lapin, un conjugué de la 20hydroxyecdysone (20E) couplé à la péroxydase comme traceur et la tétramétylbenzidine comme révélateur. L'anticorps utilisé a 6 fois plus d'affinité pour l'ecdysone que la 20E [16]. La 20E étant généralement l'hormone principale, les résultats sont exprimés en pg équivalent 20E/mg de tissu corporel. L'anticorps et le traceur enzymatique ont été aimablement fournis par Dr. J.P. Delbecque (Université de Bordeaux I, France).

2.3 Mensuration des épaisseurs des cuticules

Les 4 premiers sternites abdominaux sont prélevés des chrysalides âgées de 1, 3, 5, 7 et 9 jours. Ils sont fixés dans un mélange glutaraldéhydeparaformaldéhyde dans du tampon cacodylate [17] modifié [18] puis déshydraté et inclus dans un mélange Epon-Araldite [19]. Les coupes semi-fines ont été effectuées à l'ultramicrotome LKB V et colorées par le bleu de toluidine.

2.4 Analyse statistique

Les données sont représentées par la moyenne plus ou moins l'écart-type $(m\pm s)$. Les analyses statistiques ont été réalisées à l'aide du logiciel MINITAB (Version 13.31, PA State College, USA). Les valeurs moyennes ont été comparées deux à deux avec le test *t* de Student.

3. RESULTATS

3.1 Variation des taux d'ecdystéroïdes durant la métamorphose

Dans nos conditions expérimentales de température et d'humidité constantes, la

durée du développement nymphal est d'environ 9 jours. Les ecdystéroïdes ont été déterminés par EIA dans le corps entier des chrysalides femelles à différents âges au cours du développement nymphal. Ils sont exprimés en pg d'équivalent 20hydroxyecdysone par mg de poids frais corporel. La variation du poids des chrysalides femelles est donnée dans le tableau 1. Le poids des chrysalides femelles diminue légèrement et de manière significative au cours de la métamorphose. Les taux hormonaux enregistrés à 0 et 1 jour ne sont pas significativement différents (P > 0.05); ils augmentent significativement (P < 0.05) dès le troisième jour de la vie nymphale pour atteindre un pic (250 pg équiv. 20E/mg) localisé à cinq jours (Fig. 1). Une diminution significative (P < 0.05) est ensuite observée dès le septième jour pour atteindre un taux seulement de 50 pg/mg à la veille de l'exuviation adulte (9 jours). Les valeurs observées à 3, 5, 6, 7 et 9 jours sont significativement (P < 0.05) différentes entre elles. Enfin. les exuviations nymphale et adulte se font à des taux relativement bas.

Tableau 1. Evolution du poids (mg) des chrysalides femelles d'E. kuehniella au cours du temps (jours) durant la métamorphose ($m \pm s$, n=6). Les valeurs affectées d'une même lettre ne sont pas significativement différentes (P > 0,05).



Figure 1 : Evolution du taux des ecdystéroïdes (pg équiv.20E/mg tissu) au cours du temps (jours) durant la métamorphose des chrysalides femelles d'E. kuehniella ($m \pm s$, n = 6). Les valeurs affectées d'une même lettre ne sont pas significativement différentes (P > 0,05).

Temps (jours)

3.2 Sécrétion cuticulaire durant la métamorphose

La cinétique et la séquence des principaux évènements épidermocuticulaire durant la métamorphose ont été envisagées afin d'établir des corrélations avec les taux hormonaux. Les épaisseurs de la cuticule totale nymphale (ancienne cuticule) et de la nouvelle (cuticule préexuviale adulte) ont été estimées sur des coupes semi-fines du tégument périphérique à différents âges au cours de la métamorphose. Les résultats sont représentés dans les tableaux 2 et 3. L'épaisseur de la cuticule nymphale augmente significativement (p < 0.05) avec l'âge pour atteindre un maximum de $13,83 \pm 0,1$ µm au troisième jour et décroît significativement (p< 0.05) par la suite en raison de la digestion des couches profondes de l'ancienne cuticule (Tab. 2). La nouvelle cuticule ou cuticule préadulte exuviale est secrétée immédiatement après l'apolyse (troisième les épaisseurs augmentent jour); progressivement et de manière significative (P < 0.05) pour atteindre un maximum de 7,27 \pm 0,05 µm à la veille de l'exuviation adulte (9 jours) (Tab. 3).

Tableau 2. Evolution de l'épaisseur (μm) de la cuticule totale nymphale au cours du temps (jours) durant la métamorphose des chrysalides femelles d'E. kuehniella ($m \pm s$, n = 6). Les valeurs affectées d'une même lettre ne sont pas significativement différentes (p > 0,05).

Temps (jours)	0	1	3	5	7	9
Epaisseur (µm)	$\begin{array}{c} \textbf{7,80} \pm \\ \textbf{0,05a} \end{array}$	$11,00\pm0,1\mathbf{b}$	$13,\!83\pm0,\!1\mathbf{c}$	$12,\!27\pm0,\!07\boldsymbol{d}$	$10,90 \pm 0,2\mathbf{b}$	$\begin{array}{c} 8,03 \pm \\ 0,05 \mathbf{e} \end{array}$

Tableau 3. Evolution de l'épaisseur (μ m) de la nouvelle cuticule (adulte) au cours du temps (jours) durant la métamorphose des chrysalides femelles d'E. kuehniella ($m \pm s$, n = 6). Les valeurs affectées d'une même lettre ne sont pas significativement différentes (p > 0,05).

Temps (jours)	3	5	7	9
Epaisseur (µm)	$0,00 \pm 0,00$ a	$5{,}05\pm0{,}07~\textbf{b}$	$6,10 \pm 0,05$ c	7,27 ± 0,02 d

4. DISCUSSION

Les ecdystéroïdes ont été impliqués par différents auteurs et chez plusieurs espèces d'insectes dans le contrôle d'un grand nombre de mécanismes physiologiques dont le principal est le phénomène de mue et de métamorphose [2, 3, 7]. Chez les insectes, les ecdystéroïdes sont formés à partir des stérols alimentaires aui seront transformés après ingestion en cholestérol. Ce dernier subit diverses oxydations et hydroxylations pour fournir l'ecdysone qui sera à son tour convertie dans les tissus périphériques en 20E par l'enzyme

ecdysone-20-monooxygénase [20]. Les taux des ecdystéroïdes et de l'hormone juvénile fluctuent tout au long du développement des insectes. Les pics hormonaux observés sont associés à des évènements importants comme notamment les mues, la métamorphose ou la reproduction [20-22]. Selon les espèces un ou deux pic sont détectées durant la métamorphose : Pieris brassicae [23], Leptinotarsa decemlineata [24], Heliothis zea [25] et Tenebrio molitor [26] présentent un pic, tandis que Galleria mellonella [27] et Cydia pomonella [28] ont en deux pics.

Du fait de sa structure, sa composition renouvellement chimique et son périodique contrôlé par des hormones, la cuticule est une caractéristique essentielle des insectes. Il est généralement admis que le processus de mue est initié par une augmentation des taux de 20E et se termine par leur chute et la sécrétion de l'hormone d'éclosion [6]. Le dosage des ecdystéroïdes au cours du développement chrysalides nymphal chez les d'*E*. kuehniella révèle la présence d'un seul pic qui coïncide avec l'apolyse et serait responsable de l'initiation de la sécrétion de la nouvelle cuticule, c'est à dire la cuticule pré-exuviale adulte. L'exuviation s'effectue adulte sous des taux d'ecdystéroïdes relativement bas confirmant les travaux antérieurs [6]. Le deuxième pic d'écdystéroïdes, détecté au cours de la métamorphose chez certaines espèces [27, 28], est en rapport avec le développement ovarien [22, 28, 29]. Chez les chrysalides femelles de C. pomonella le deuxième pic est étroitement corrélé avec l'évolution de la taille de l'ovocyte basal et de l'épaisseur de l'épithélium folliculaire chez C. pomonella [28]. Enfin, les valeurs observées chez E. kuehniella sont comparables aux taux hormonaux d'autres signalés chez espèces de Lépidoptères [30].

En conclusion, les variations des taux d'ecdystéroïdes au cours de la métamorphose des chrysalides femelles d'E. kuehniella sont avec les évènements épidermo-cuticulaires. L'augmentation des taux serait responsable de l'induction d'un nouveau cycle cuticulaire. La sécrétion de la nouvelle cuticule intervient immédiatement après l'apolyse confirmant ainsi les travaux antérieurs faits sur d'autres espèces.

Références

[1] L.M. Riddiford, *Cellular and* molecular action of juvenile hormone: I. General consideration and premetamorphic actions, Adv. Insect.Physiol., Vol. 24, 1994, p. 213-274.[2] H.H. Rees, *Ecdysteroid biosynthesis*

and inactivation in relation to function, Eur. J. Ent., Vol. 92, 1995, p.9-39.

[3] G. Gäde, K.H. Hoffman et J.H. Spring, *Hormonal regulation in insects: Facts, Gaps and Future directions,* J. Physiol. Rev., Vol. 77, Issue 4, 1997, p.263-1032.

[4] G. Gäde et K.H. Hoffmann, *Neuropeptides regulating development and reproduction in insects*, Physiological Entomology, Vol. 30, 2005, p.103-121.

[5] M.W. Gilbert, R. Rybczynski et J.T., *Control and biochemical nature of the ecdysteroidogenic pathway*. Annu. Rev. Entomol., Vol. 47,2002, p.883-916.

[6] T.S. Dhadialla, A. Retnakaran et G. Smagghe, *Insect growth and development disrupting insecticides*, Comprehensive Insect Molecular Science (L.I. Gilbert, I. Kostas, and S. Gill, Eds), Vol. 6, Pergamon Press, New York, N.Y., 2005, p. 55-116.

[7] L. Dinan, *Ecdysteroid structure and hormonal activity*, Ecdysone: From chemistry to mode of action (J. Koolman Ed.), Thieme Stuttgard, 1989, p. 345-354.

[8] F. Bendjedou, Z. Bouslama, S. Soltani, Chebira et N. Effets of flucycloxuron, a benzovlphenylurea, on growth, development and cuticle secretion, Ephestia kuehniella. Med. Fac. Landbouww, Univ. Gent, Vol. 63, Issue 2b, 1998, p. 575-580.

[9] M. Hami, F. Taibi et N. Soltani-Mazouni, *Effects of flucycloxuron, a chitin synthesis inhibitor, on reproductive events and thickness of chorion in meal worms,* Comm. Appl. Biol. Sci., Vol. 69, Issue 3, 2004, p.249-258.

[10] K.D. Wing, RH- 5849, a non

steroidal ecdysone agonist: effects on a Drosophila cell line, Sciences, Vo241, 1988, p.464-469.

[11] T.S. Dhadialla et R. Ross, *Bisacylhydrazines: novel chemistry for inscet control*, Modern crop Protection Compounds, Ed. By Kramer W. and Schirmer U., Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2007, p. 773-796.

[12] M. Hami, F. Taibi, G. Smagghe et N. Soltani-Mazouni, *Comparative toxicity of three ecdysteroid agonist insecticides against the Mediterranean flour moth*, Comm. Appl. Biol. Sci. Ghent University, Belgium, Vol. 70, Issue 4, 2005, p.767-772.

[13] M.E.H. Khebbeb, R. Gaouaoui et F. Bendjeddou, *Tebufenozide effects on the reproductive potential of the Mediterranean flour moth*, *Ephestia kuehniella*. Afr. J. Biotech., Vol. 7, Issue 8, 2008, p.1166-1170.

[14] P. Porcheron, M. Morinière, J. Grassi et P. Pradelles, *Development of an enzyme immunoassay for ecdysteroid using acetylcholinesterase as label*, Insect Biochem., Vol. 19, 1989, p.117-122.

[15] N. Soltani, N. Aribi, H. Berghiche, S. Lakbar et G. Smagghe, *Activity of RH-0345 on ecdysteroid production and cuticle secretion, Tenebrio molitor* pupae in vivo and in vitro. Pestic. Biochem. Physiol., Vol.72, 2002, p.83-90.

[16] M.L. De Reggi, N. Pitoizet, B. Gharib et J.P. Delbecque, *New enzyme immunoassay for ecdysteroids using peroxydase enzyme and polyclonal or monoclonal antibodies*, Xth ecdysone workshop, Liverpool, 1992, 6-7th April, Abstract, p.9.

[17] M.J. Karnovsky, A formaldehydeglutaraldehyde fixation of high osmolarity for use electron microscopy, J. Cell Biol., Vol. 27, 1965, p.1374. [18] D.S. Friend et H.E. Farquhar, *Functions of coated vesicles during protein absorption in the rat vas deferens*, J.Cell.Biol., Vol. 35, 1967, p.357-376.

[19] W.A. Anderson et R.A. Ellis, Ultrastructure of Trypanosoma lewisi: flagellum microtubules and the kinetoplast, J. Protozool., Vol. 12, 1965, p.483-499.

[20] P. Cassier, L'expression de deux milieux : le passage de la vie imaginale chez les insectes. Le contrôle endocrine, Bull. Soc. Zool. Fr., Vol. 123, Issue 2, 1996, p.187-197.

[21] R. Lafont, C. Dauphin-Villemant,
J.T. Warren et H. Rees, *Ecdysteroid chemistry and biochemistry*, L.I. Gilbert,
K. Iatrou & S.K. Gill (eds),
Comprehensive Molecular Insect Science,
Vol. 3, Elsevier, Oxford, 2005, p.125-195.

[22] H.H. Hagedorn, *The role of ecdysteroids in reproduction*, G.A. Kerkut. L.I. Gilbert. (eds), Comprehensive Insect Physiology, Biochemistry and Pharmacology, Pergamon Press, Oxford, 1984, p.205-262.

[23] R. Lafont, J.P. Delbecque, L. De Hys, B. Mauchamp et J.L. Pennetier, *Etude du taux d'ecdysone dans l'hémolymphe de Pieris brassicae (Lepidoptera) au cours du stade nymphal*, C. R. Acad. Sci., Vol. 279, Issue 25, 1974, p.1911-1914.

[24] T. H. Hsiao, C. Hsiao et J. De Wilde, *Molting hormone titer change and their significance during development of the Colorado beetle*, Leptinotarsa decemlineata. J. Insect Physiol., Vol. 22, 1975, p.1257-1261.

[25] G.M. Holman et R.W. Meola, *A high*performance liquid chromatography method for the purification and analysis of insect ecdysones: application to measurement of ecdysone titers during pupal-adult development of Heliothis zea, J. Insect Physiol., Vol. 8, 1978, p.275-278. [26] J.P. Delbecque, M. Hirn, J. Delachambre et M. De Reggi, *Cuticular* cycle and molting hormone levels during the metamorphosis of Tenebtio molitor, (Insecta, Coleoptera). Dev. Biol., Vol. 64, 1978, p.11-30.

[27] W.E. Bollenbacher, H. Zvenko, A.K. Kumaran et L.I. Gilbert, *Changes in ecdysone content during posst-embryonic development of the wax moth Galleria mellonella : the role of ovary*, Gen. Comp. Endocrinol., Vol. 34, 1978, p.169-179.

[28] N. Soltani, Dosage qualitatif et quantitatif des ecdystéroides chez les chrysalides mâles femelles de Cydia pomonella L. (Lepidoptera, Tortricidae), Ann. Inst. Nat. Agron. Alger, 1986, Vol. 10, Issue 1, p.45-58.

[29] N. Soltani-Mazouni, M.E.H. Khebbeb et N. Soltani, *Production* d'ecdystéroïdes ovariens durant la maturation des oocytes chez Tenebrio molitor, Ann. Soc. Entomol. France, Vol. 35, 1999, p.82-86.

[30] F. Sehnal, P. Maroy et J. Mala, *Regulation and significance of ecdysteroid titre fluctuations in lepidopterous larvae and pupae*, J. Insect Physiol., Vol. 27, 1981, p.535-544.

Inventory of the lichen flora of the national park of El Kala in northeastern Algeria

Djamel Fadel¹, Rachid Djamaï¹, Aziz Laïfa¹ et Ilhem Boughambouz²

¹⁾Laboratoire de Biologie Végétale et Environnement, Faculté des Sciences, Département de Biologie, Université de Badji Mokhtar, Annaba. 23000, Algérie. ²⁾Société Canadienne Lavalin, Algérie.

Accepté le 28/07/2010

ملخص

تتميز الحديقة الوطنية من القالة (شمال الجزائر) عن طريق التنوع الجيني الكبير. كجزء من عملنا، تابعنا تطور النباتات حزاز في ثلاث مناطق مختلفة : الساحلية، وشبه الساحلية والجبلية. استخدمنا طريقة الجمع بين الأسلوب الكلاسيكي lichéno - الاجتماعية على أساس جزئي وكامل. وقد تم تحديد 114 أصناف خاصة مع وفرة في المناطق الجبلية، تميزت الأنواع ممثل جدا guercus subcoastal (لام Hoffm). المناطق التي Lecanora المناطق ourcus subcoastal الرئيسي الذي يضم النباتات حزاز Buffm). المناطق التي Lecanora الرئواع ممثلة في نوع جنس Augurcus يتم ملؤها أساسا صنوبر Ghoto الرئيسي الذي يضم النباتات حزاز وفرة في المناطق التي Lecanora الأنواع من القشريات القشريات المناطق المناطق المناطق التي والجبلية، المناطق التي ولائواع من وفرة في المناطق وسيلة ثبت في در اسات الأثر والرصد البيولوجي من التلوث.

الكلمات المفتاحية: التنوع البيولوجي؛ المسطح؛ ش كالا الحديقة الوطنية شمال شرق الجز ائر؛ الجز ائر

Résumé

Le parc national d'El Kala (Nord est algérien) est caractérisé par une grande biodiversité génétique. Dans le cadre de nos travaux, nous avons suivi l'évolution de la flore lichénique dans trois zones différentes : côtière, sub-côtière et montagneuse. Nous avons utilisé une méthode combinée lichéno-sociologique basée sur la méthode classique partielle et intégrale. 114 taxa ont été recensés avec une abondance particulière pour les zones montagneuses, marquée par une espèce très représentative *Lobaria pulmonaria* (L. Hoffm.). Les zones sub-côtières où *Quecus suber* (L.) est le principal phorophyte qui abrite une flore lichénique crustacée représentée par le genre *Lecanora Kind. Pinus pinaster* (Ait.) phorophyte le plus abondant dans les zones côtières est peuplé principalement par des espèces crustacées du genre *Candelariella*. De manière générale, la flore lichénique étudiée a une origine cosmopolite secondaire. Son suivi spatio temporel est un moyen avéré dans les études d'impacts et de la bioindication de la pollution.

Mots clés: Biodiversité ;Lichen ; Parc National dEl Kala- nord- est algérien ; Algérie.

Abstract

The national park of El Kala (Algerian North east) is characterized by its genetic bio-diversity, so our work was carried on the evolution of lichenic flora in the three different zones: coastal, sub-coastal and mountains. We have used licheno-sociological combined method from the partial and integral classic method. 114 taxa have been counted with a particular abundance marked in the mountainous zone (representative species: *Lobaria pulmonaria* (L. Hoffm). Sub-coastal zone where the main phorophyte is *Quercus suber* (L.) is characterised by a crustaceous lichenic flora represented by the *Lecanora kind*. In the coastal zone, the representative phorophyte is *Pinus pinaster* (Ait.) with a dominance of crustaceous species (Candelariella).Of a global manner, lichenic flora in question has sub-cosmopolitan origin; its spatio-temporal follow-up is imperative notably in studies of impact and the bio-indication of the pollution.

Key words: Bio-diversity; Lichen; National Park of El Kala - northeastern Algeria.

Auteur correspondant: fadeldjamel@yahoo.fr (Djamel Fadel)

[©] Université Badji Mokhtar - Annaba (Algérie).

1. INTRODUCTION

The National Park of El Kala has a biodiversity of flora and fauna very important. It contains not only good weather but also provided favorable media phorophytes called for the development of the lichen flora. However, each species has its own requirements and its distribution is influenced by the in the middle .As part of our work we performed a floristic approach based on the inventory of lichen flora. This is the first initiative of its kind in this area of study. It allowed us firstly to know the different lichen species which live in the area and secondly to determine the lichen species most susceptible to pollution than is commonly known species poleophobes.

The goal of our work consists in a phytosociological and systematic inventory of lichen species through three different zones of the national park of El Kala:

- Coastal zone,
- Sub-coastal zone,
- Mountainous zone.

This inventory permitted us to know the distribution of lichen species according to gradient altitudinal, to the exhibition, to the substratum and the completely distant sites of sources of pollution.

2. MATERIAL AND METHOD

2.1 Material

The material that we used for the realization of this work: altimeter, string,

knife, hammer, compass, gnard of land, meter ribbon, rule, sachets and envelopes for the packing of lichens harvested as well as the various specific floras to lichens[1-3] and the chemicals reagents relating of it (KOH to 10%, paraphénylène diamine, bleach, Lugol, Iodine, Blue cotton).

2.2 Survey area

The three zones prospected within the national park of El Kala are as follow:

- The coastal zone constitutes a homogeneous station populated solely by *Pinus pinaster* (Ait.). The mean of the studied three circumferences is 80 to 90 cm; their middle height varies between 25 and 30 m. Absence of undergrowth.

- The sub-coastal zone, organized of a heterogeneous station to two principal groupings: *Quercus suber* (L.) *and Quercus faginea* (Lam.). The undergrowth is very dense and is constitued notably by *Erica arborea* (L.), *Calycotome villosa* (Poir. Link), *Arbustus unedo* (L.), *Myrtus communis* (L.), *etc...*

- Montainous zone, homogeneous zone, formed of *Quercus faginea* (Lam.) (reaching middle height of 20 m about) and located to an altitude of 850 to 1000 m. Arbustiveous and herbaceous strata are very dense and very varied. The prospected zones are represented by different altitudes: the zone I (middle altitude of 100 m); the zone II (middle altitude of 15 m) and the zone III (middle altitude of 900 m), (Fig. 1)



Figure 1. Situation of the three study zones with their stations of sampling

2.3 Different types of sampling

2.3.1 Phytosociological sampling

On every phorophyte, one defines the most representative face, qualitatively and quantitatively. The surface of sampling is determined by the application of measurements of the minimal area recommended by Roux [4], Roux and al. [5].

Populations to small thalleses crustacean dominants: $150 - 200 \text{ cm}^2$

Populations to big thalleses crustacean dominants: $300 - 500 \text{ cm}^2$

Populations to small thalleses foliaceous dominants: $150 - 200 \text{ cm}^2$

Populations to big thalleses foliaceous dominants: $500 - 800 \text{ cm}^2$

Populations to big thalleses squamuleux dominants: $500 - 1000 \text{ cm}^2$

Every quadrat to study is fixed with the help of nails implanted in the peel and string. Measurements of thalleses of every lichen species are done inside of the quadrat and to which one assigns a coefficient of sociability from 1 to 5.

2.3.2 Systematic sampling

On each of the four faces of the phorophyte, one identifies and/or one describes all species marked to the naked eye or the gnarl. A coefficient of recovery in percentage is assigned to every face and every species with regard to the face.

2.3.3 Plan of sampling (adopted method)

Several authors have used different methods. We can cite the classic method used by Braun-Blanquet [6]. But this method presents some inconveniences suggested by Roux [7]. The method of the partial taking which looks like the classic method with also some inconveniences because it doesn't permit the survey of stations or, of by reason the ecological condition heterogeneity, population occupy some reduced and dispersed surfaces[4]. A reliable and precise method is currently applicable, named method of entire taking which is based on the method of the coefficient of middle likeness and it consists in the comparison of four quadratses [8]. The advantage of this method, it is that it permits the realization of summaries qualitatively and quantitatively. We tried

to combine the three previous methods to develop a news that permitted us to win the time of it, to limit our means and to get some as reliable results that those brought by the integral method (most precise among methods already quoted). The method that we recommend consists in making a systematic summarv qualitatively on the four faces of the phorophyte, a raised phytosociologic that one does on the face of the most representative phorophyte, and quantitatively. Our observations concerned different phorophytes such as Pinus pinater (Ait.), Quercus suber (L.), Quercus faginea angustifolia (Lam.), Fraxinus (Vahl.). Cupressus sempervirens (L.) and Casuarina equistifolia (L.). It is however necessary to notice that these last three species are introduced around orchards and along roadsides. They are localized in several stations of the coastal and sub-coastal zones. The statements of lichens were made at the level of each of three zones according to the presence of porophytes and their accessibility. In every station, we examined between 1 in 10 trees of the same specie which are one diameter included between 0, 30 and 1, 50 meters.

The geographical distribution of corticoleses lichens is influenced by three principal factors: nature of the substratum, the climate and the degree of air pollution [9-11].

From the table we try to highlight some conclusions about our work. Initially, we note that some taxes are highly representative in certain zones than others. Indeed, the abundancedominance of crustaceans, the leafy and fruticulous in the three study zones could be linked to climatic factors independently phorophytes. On the other hand the mountainous zone specific micro-climate (frequent fog) which develops phorophytes Quercus faginea (Lam.) favorable habitat for taxas such as composites, the gelatinous squamulous. It is known that the and geographical distribution of corticoleses lichens is influenced by three principal factors: nature of the substratum, the climate and the degree of air pollution [9-11]. We noticed the variability of a gas to another one as for the specific wealth in lichens and to the degree of recovery following the three prospected zones (Tab.1, Fig. 2a, 2b, 2c).

3. RESULTS AND DISCUSSION

Zones	C	oast	ıl	Sub-coastal			Mountainous										
Stations	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	origin
Taxa					Abundance			- Dominance									
Crustacean	2	2	3	2	2	1	1	3	1	3	÷	2	+	2	1	1	65 % Su, 30 % Co and 5% Uo
Foliaceous	1	1	3	1	2	2	2	3	1	÷	1	4	2	1	3	3	40 % Su, 30 % Co and 30% Eu
Fruticulous	1	÷	2	3	2	1	1	÷	2	2	1	÷		3	2	2	60 % Co, 30 % Su and 10 % Uo
Composite	1	÷	1	2	1	1	+	1	÷	÷	2	1	2	÷	1	1	70 % Eu and 30 % Uo
Gelatinous			+					+	+	2		1		1		1	60 % Eu and 40 % Uo
Squamulous						1					+			1.	1	÷	100 % Uo

Table 1. Physionomical spectrum of corticoleses lichens of the national park of El Kala

Su: Subcosmopolite ; Co: Cosmopolite ; Eu: European ; Me: Mediterranean; Uo: Unknown origin



Figure 2. Physionomical spectrum of corticoleses lichens in the three study zones

It is bound to wealth and the specific diversity of course in our survey region [14].

Quercus faginea (Lam.) that is the hygrophile and ombrophile specie of altitude, regroup a flora very rich and very lichens (foliaceous varied lichens, crustacean, fruticulous, gelatinous, composite and squamulous). This phorophyte represents itself only 71% of the total number of taxed to those

inventoried of where it big affinity for epiphyteses.

<u>Quercus suber</u> (L.) that is a gas Mediterranean photophile, to obstinate peel (except in case of demasclage every 10 years), constitute also with its 74% of the whole of taxed inventoried, a good phorophyte especially for crustaceous species.

Pinus pinaster (Ait.) that is a gas heliophile, to scaly and crumbly peel making of it a bad phorophyte (a recovery

in lichens of 25%), nevertheless, we noticed in abundance, of foliaceous and fruticolous species covering branches of

this phorophyte completely. It is influenced by the stong exhibition to light and rains.

Fraxinus angustifolia (Vahl.) especially develops itself to the humid surrounding level, it represents 24% of the whole of taxed to them; its peel has rugous aspect, of where the maintenance of a strong humidity to in the anfractuosities, preferential habitats of

certain types of lichens, case of the gelatinous lichens Collema nigrescens (Huds. D.C) and Collema furfuraceum (Arnold Du Rietz) that present a strong indication of abundance-dominance, what agrees with the observation that noted that the peel situated on the opposite superior face to the dominant winds [15]. On Casuarina equisetifolia (L.) one records 22% of lichenic flora inventoried and 21% on Cupressus sempervirens (L.) In general, these last two phorophyteses are associated in the space and present opposite in general the same behaviour of groupings licheniqueses that they shelter.



Figure 3. Peopling of lichenic flora depending on the nature of phorophyte

Of the fact of the number limited of lichen species and the frequency of crustaceous species, we can give out the hypothesis that the weak degree of lichenic species recovery on these two gases can be bound to the weak retention in water (limited local microclimate). Numerous hypothese have been formulated as for the variation of epiphytic flora according to the nature of the phorophyte: some authors take in consideration the relief of the peel, the habitat of trees, of others assign the difference to the toughness and the speed of peeling of the peel, and other assigns the differences floristiqueses to the relief, to the toughness, to the capacity of

retention in water and to the power of condensation of the steam of water of the peel [16]. From de table, it also emerges that the altitudinal factor in three studied zones had an evident influence on the biogeographical spectre of the flora lichénique. For example, to the level of the III zone one notes 49 species subcosmopoliteses and 11 European species. The presence of these last is linked to the climatic conditions of this zone encouraged by the altitude, however species of Mediterraneen origin seem to be rare (Fig. 4). According to the table, it appears that the lichen flora of the national park of El Kala is globally homogeneous as to its origin biogeographic.



Figure 4. Global biogeographical spectrum of corticoleses lichens of the national park of el Kala

After having studied the spatial distribution of taxed licheniques through the three zones

of survey, we judged useful to appreciate terracings of these species according to altitudinal gradient. Among folaceous species, one signals to low altitude the dominance of Xanthoria parietina (L. Th.Fr.), of Physcia adscendens (Fr. Oliv.), Physcia tenella (Scop.D.C.) and Physconia grisea (Lamk. Poelt) and to high altitude, the dominance of the Parmelia caperata (L.Ach.), Parmeli perlata (Huds. Vain), Parmelia dubosqui (sp), Parmelia sataxilis (L.), *etc*...).We noted а meaningful interrelationship between the number of called to licheniques crustacean and the altitude, otherwise said, more one brings up in altitude and more the number of lichens crustacean increases (r = 0.394 *):

for example, to 100 m of altitude one records 10 crustaceous species represented by the Lecanora kinds and Lecidea and to 35 m, 04 species in average. In the III zone (mountainous zone) that conceals an important population of *Quercus faginea* (Lam.), very important phorophyte as for lichenic recovery (91 taxa inventoried between 850 m and 1000 m).The dominant species are the follow-up foliaceous of crustaceous, then of fruticulous. However we note a very meaningful highly interrelationship between crustaceous and fructiculous species (r = 0.691).In high altitude, foliaceous species are representated by Lobaria pulmonaria (L. Hoffm) and Parmelia perlata (Huds. Vain), species crustaceous by the Pertusaria, as for fructicolous species, they are marked by Evernia prunasti (L. Auch) (Fig.5).



Figure 5. Curve regression in the number of taxed in relation to altitude in the II zone

4. CONCLUSION

The survey that we took in the National Park of Kala is the first inventory. It followed us to raise a list of 114 lichenic taxa distributed like this: 45 crustaceous species, 35 foliaceous, 15 fruticulous, 11 gelatinous, composite 07 and 01 squamulous. We record a spatial variation in lichenic distribution; the biggest number of taxed, in the mountainous zone and subcoastal although zone the mountainous zone has been undersampled with regard others. to Crustaceous species are marked by the Pertusaria, foliaceous species by the Parmelia and fruticulous by the Ramalina.

Among the different studied phorophyteses, *Quercus faginea* (Lam.) is in head as for lichenic recovery. We raised a variation as good according to altitudinal gradient are most representative. What is astonishing, it is that the European species (15) are according to the nature of the phorophyte. Among the sampled species and identified, it comes out again that species subcosmopoliteses more important that the Mediterranean. times The dynamics and distribution of the corticoleses lichens are bound closely to several factors (local climatic conditions, knowing that the region of El Kala is classifed to the international ladder among the protected humid zones), the diversity of phorophytes and the topography of the land. We consider that this draft of survey is going to be a big contribution for algerian lichenic research and will contribute to the enrichment of the Maghreb flora thus in particular and Mediterranean in general.

References

[1] P. Ozenda P et G. Clauzade, *Les lichens, étude biologique et flore illustée*, Ed. Masson, CIE, Paris, 1970, 801 p.

[2] G. Clauzade et C. Roux, *Likenoj de Okcidenta Europo. Ilustrita determinlibro*, Ed.Bull. Soc. Bot. Centre-Ouest, Royan, 1985.

[3] C. Roux et C. Gueidanc, *Flore et végétation des lichens et champignons lichenicoles et non lichénisés du massif de la Sainte Baume (Var, Provence, France)*, Bull. Soc. Linn. Provence, Vol. 53, 2002, p.123-150.

[4] C. Roux, *Echantillonnage de la végétation lichénique et approche critique des méthodes de relevés*, Cryptogamie, bryol. Lichenol., Vol. 11, Issue 2, 1990, p.95-108.

[5] C. Roux, C. Coste, D. Masson et C. Bauvet, *Lichens et champignons lichenicoles du parc national des Cevennes.3-Les basses Cévennes*, Bull. Soc. Linn. Provence, Vol. 57,2006, p.59-84.

[6] J. Braun-Blanquet, *Pflanzensoziologie*, Ed. Springer Verlag, Vienne, 1964.

[7] C. Roux, C. Coste, O. Bricaud et D. Masson, *Catalogue des lichens et des champignons lichénicoles de la région Languedoc - Roussilon (France méridionale)*, Bull. Soc. Linn. Provence, Vol. 57, 2006, p.85-200.

[8] J.M. Houmeau et C. Roux, *Lichens et groupements lichéniques observés lors de la 7ème session extraordinaire de la S.B.C.O. dans le Cantal*, Bull. Soc.bot. Centre-Ouest, Vol. 11, 1980, p.87-103.

[9] T.H. Nash et L. Sigal, *Sensitivity of lichens to air pollution with air emphasis on oxidant air pollutants*, Proceeding of the symposium on effects of air pollutants

on mediterranean and temperate forest ecosystem, Riverside, California, 1980, p.22-27.

[10] A. Semadi, *Incidence de la pollution fluorée d'origine industrielle sur la végétation de la région d'Annaba*, Thèse de Doctorat, Paris VII, 1983.

[11] P. Lebrun, L'usage de bioindicateurs dans le diagnostic sur la qualité du milieu de vie, Journées d'étude de l'A.F.I.E, Ecologie appliquée : indicateurs biologiques et techniques d'études, 1990, p.167-174.

[12] C. Roux, Les lichens indicateurs de pollution.1ère partie : la pollution atmosphérique dans le bassin d'Aix, Bull. Soc. Linn. Provence, Vol. 44, 1993, p.12-19.

[13] D. Fadel, I. Boughambouz, A. Laifa et R. Djemai, *Bioindication the air pollution by total hydrocarbons by using a lichenic specie in the area of Skikda*, Algeria. Phys. Chem. News., Vol. 34, 2007, p.126-130.

[14] G. De Belair, Structure, fonctionnement et perspective de gestion de quatre écocomplexes: lacustres et marécageux (El Kala, Est algérien), Thèse de Doctorat, Université Lyon, 1990.

[15] J.J. Barkman, *Phytosociology and ecology of cryptogamic epiphytes, Vol.* 2, Ed.Van Gorcum &Co, Assen, 1958.

[16] A. Semadi, Effet de la pollution atmosphérique (pollution globale, fluorée et plombique) sur la végétation dans la région d'Annaba (Algérie), Thèse de Doctorat Paris VI, 1989.

Détermination pratique des paramètres géométriques d'un contact de type Saphir- Laiton : application dans la modélisation de la RTC

Bensaad Bourassia¹, Bourouga Brahim² et Garnier Bertrand²

 ¹⁾ LMSR, Faculté des sciences de l'Ingénieur, l'université de Djillali Liabes, Sidi Bel Abbes 22000, Algérie.
 ²⁾ Laboratoire de Thermocinétique de l'école polytech. de l'Univ. de Nantes UMR6607, BP 50609, Nantes Cedex 3, France.

Accepté le 28/07/2010

نهتم في هذه الدراسة بتغير بنية سطح تلامس صلب – صلب بين مادة ملساء و غاية في الصلابة (السفير) وأخرى خشرة وسهلة التشوه (الليتون أو الفولاذ) خاضعة لحمولة تدريجية. نحاول شرح هذا التغيير ببيانات مقطعية ومصورات متجانسة عبر الحاجز الشفاف للسفير. الحدود المهمة هي النسبة الحقيقية للتلامس *S، كثافة نقاط التلامس N والمسافة الفاصلة للمستويات المتوسطة B نجري قياس الميكر وصلابة للمادة الأكثر رخاوة. الطبو غرافية تسمح أساسا بتقدير *S و B. *S تستنتج أيضا من نسبة ضغط التلامس إلى الميكر وصلابة للمادة الأكثر رخاوة. الطبو غرافية تسمح أساسا بتقدير *S و B. *S تستنتج أيضا من نسبة ضغط التلامس إلى الميكر وصلابة. المصورة تسمح بحساب مناطق التلامس وبإظهار، في وقت حقيقي، تغير بنية الحد الفاصل. في هذه محتار.

ا**لكلمات المفتاحية:** سطح تلامس؛ المقاومة الحرارية للتلامس؛ النسبة الحقيقية للتلامس؛ كثافة نقاط التلامس؛ رسم مقطعى؛ ميكر وصلابة_.

Résumé

Dans cette étude, nous nous intéressons à l'évolution de la structure d'une interface de contact solide – solide entre un matériau lisse et infiniment rigide (saphir) et un autre rugueux et déformable (laiton ou acier), soumise à un chargement progressif. On tente de bien déceler cette évolution par des relevés profilométriques et par imagerie à travers la paroi transparente du saphir. Les paramètres intéressants sont le taux réel de contact S^* , la densité de points de contact N et la distance de séparation des plans moyens d. On procède également à la mesure de la micro-dureté du matériau le plus mou. La topographie permet d'estimer essentiellement S* et d. S* est également déduit du rapport de la pression de contact par la micro-dureté. L'imagerie permet de comptabiliser les zones de contact et de visualiser en temps réel l'évolution de la structure de l'interface. Dans la présente communication on se limite à comparer la valeur mesurée de la RTC sur un dispositif que l'on a mis au point à celle estimée au moyen d'un modèle choisi.

Mots clés : interface de contact ; résistance thermique de contact ; taux réel de contact ; densité de points de contact ; profilométrie ; micro-dureté.

Abstract

In our study, we are interested in the evolution of the structure of interface of contact between tow solids subjected to a progressive load. The first solid is smooth and rigid (sapphire) and the second is a rough and deformable (brass or steel). We try to reveal this evolution by profilometric measures and by imagery through the transparent sapphire. The interesting parameters are the real rate of contact S^* , the density of contact points N and the separation distance d. We also proceed to the measure of the micro-hardness of the softest material. The topography allows to estimate essentially S^* and d. S^* is also deducted from the report of the contact pressure by the micro-hardness. The imagery allows to count the contact zones and to show in real time the evolution of the interface structure. In the present communication we present just the comparison of the measured value of the TCR on a device which we finalized to that estimated by a chosen model.

<u>Keywords: contact interface; thermal contact resistance; the real rate of contact; density of contact points;</u> paattemeogreespoindantesaerossia@yahoo.fr (Bensaad Bourassia)

© Université Badji Mokhtar - Annaba (Algérie).

1. INTRODUCTION

L'hypothèse de résistance thermique de contact introduit dans la condition thermique de liaison aux interfaces solidesolide un paramètre qui se substitue à la perturbation thermique dans le voisinage immédiat du contact. Cette perturbation est due à l'imperfection des surfaces en Ainsi la RTC contact. caractérise l'aptitude de la zone interfaciale à transmettre la chaleur d'un solide à l'autre et permet d'écrire la condition de frontière à l'interface. Elle a suscité beaucoup d'intérêts aussi bien sur le plan de l'expérience que sur celui de la modélisation. Jusqu'à des dates récentes, les auteurs se sont investis surtout dans l'étude du contact thermique statique. Une façon générale, on distingue ceux ayant pour objet l'aspect mécanique et/ou statistique tendant à décrire la structure de l'interface, de ceux sur le transfert thermique à travers le contact réel et le fluide interstitiel et les phénomènes de micro constriction thermique. Parmi les modèles les plus connus et les plus utilisés nous citons ici quelques uns. Le modèle à aspérités cylindriques équidistantes de Bardon [1, 2] dans lequel les aspects mécaniques et thermiques sont décrits de façon égale. Il a été repris par Belghali [3] pour étudier l'effet de la distribution des aspérités de surface sur la RTC. Il a été également utilisé par Assefraoui [4] et par Bensaad [5] pour tenter de corréler deux de la RTC valeurs estimées simultanément, l'une par voie de mesure thermique l'autre par caractérisation mécanique et géométrique des surfaces en contact. Bensaad l'a utilisé également pour étudier l'effet de la double échelle de rugosité sur la résistance thermique de contact. Le modèle de Bardon a été étendu au contact dynamique de type pièce-outil de forgeage à chaud par Bourouga et alii [6]. Puis, il y a les modèles orientés essentiellement sur l'aspect mécanique tel

que celui de Greenwood et Williamson [7] dans lequel les auteurs font un nombre important d'hypothèses, notamment que les déformations sont soit purement élastiques soit purement plastiques. On retiendra seulement que dans ce dernier modèle et dans le cas élastique, l'aire de contact réel est proportionnelle à la charge. Cette proportionnalité entre le contact réel et la charge sera également mise en avant par le modèle de Bush et alii [8]. Le modèle de Whitehouse et Archard [9] reste voisin de celui de Greenwood et Williamson mais diffère de ce dernier par la levée de certaines hypothèses fortes telles que celle du rayon de courbure constant ou encore celle sur le choix d'une distribution gaussienne des hauteurs d'aspérités. Cooper et alii [10] montrent à travers une étude théorique et expérimentale que le transfert à l'interface dépend de façon cruciale de la distribution des quelques grands pics de surface et que de ce fait l'hypothèse d'une distribution gaussienne des hauteurs est suspecte. Notons au passage qu'un travail récent sur les effets de la distribution de taille et de la forme des aspérités sur le contact thermique a été proposé par Garnier et alii [11]. Mikic [12] propose un modèle de conductance thermique qui envisage séparément les cas suivants : déformation plastique pure, déformation plastique des aspérités et déformation élastique du substrat et déformation élastique pure. Par la suite, partant de l'idée que le passage d'un mode de déformation à un autre ne peut être un 'basculement', Sridar et Yovanovich [13] propose un modèle élasto-plastique qui puise ses origines dans celui de Cooper et alii. Enfin on relèvera que Majumdar et Bhushan propose un modèle fractal permettant d'estimer avec une bonne précision le taux réel de contact [14, 15].

Essentiellement expérimentale, la présente étude a pour objet l'observation simultanée de l'évolution de la résistance thermique de contact RTC et des paramètres de contact à une interface de type saphir-métal sous charge progressive. L'évolution de la structure de l'interface est perçue à travers les variations des trois paramètres de contact gouvernant la RTC : N, S^* et d.

Le texte du présent article est organisé en trois sections : la première présente le principe de mesure, la seconde sert à décrire la démarche expérimentale. La troisième est dévolue aux tous premiers résultats expérimentaux obtenus.

2. LE PRINCIPE DE MESURE

L'idée de base est d'estimer les paramètres d'interface qui déterminent la RTC à partir de relevés profilométriques ou d'imagerie. Ces paramètres sont le taux réel de contact, la densité de points de contact et la hauteur du pic le plus haut. On considère le cas favorable d'un contact plan entre un matériau lisse et infiniment rigide (saphir) et un autre, rugueux et déformable (laiton), soumis à un chargement progressif.

On ne s'intéressera ici qu'à des surfaces dont la rugosité est réalisée par usinage sous forme d'un réseau de pyramides dont on choisi а les dimensions. Cela revient à dire que la densité de point de contact N est connue à priori. Mais en raison de l'imperfection de l'usinage, on procède à l'estimation de N, du moins pour les faibles pressions, à partir de traitements d'images de la surface de l'échantillon obtenues par photographie à travers la paroi transparente en saphir. L'interface est alors chargée d'une pâte opaque.

La valeur de la distance de séparation *d* des plans moyens est déterminée à partir des topographies relevées à chaque palier de charge.

Le taux réel de contact est estimé à partir de ces mêmes relevées

profilométriques par analyse des courbes d'Abbott de la surface de l'échantillon avant et après chargement. Il est également déterminé à partir des mesures de la pression de contact et de la microdureté de l'échantillon. Cette dernière est mesurée pour tout le domaine de valeurs de l'éffort appliqué pour tenir compte du phénomène d'écrouissage. A travers la détermination du taux réel de contact *S**, on s'intéresse aussi au déplacement de matière à l'origine de l'accroissement de la surface réelle de contact.

En parallèle, nous procédons à la mesure de la résistance thermique de contact sur un dispositif que nous avons étudié, réalisé et mis au point à cet effet. Les valeurs de RTC mesurées seront comparées systématiquement aux valeurs estimées à partir d'un modèle théorique choisi.

I. 2.1 Modèle de calcul de la RTC

Nous avons choisi le modèle théorique de Bardon pour l'estimation de la RTC. On rappelle que la résistance de contact à l'interface tient compte du passage de la chaleur en parallèle, à la fois par la voie directe solide-solide où le flux doit traverser une résistance de constriction notée R_s et par la voie indirecte à travers l'interstice caractérisée par la résistance de la lame fluide notée R_f . Elle est donc considérée comme la résultante de ces deux résistances en parallèle R_s et R_f telle que :

$$\frac{1}{RTC} = \frac{1}{R_s} + \frac{1}{R_f} \Longrightarrow RTC = \frac{R_s \cdot R_f}{R_s + R_f}$$
(1)

Pour l'estimation de la résistance *Rs*, nous avons retenu le modèle simple de Bardon [1] qui considère que tous les points de contact ont la même taille et une répartition uniforme. Ce choix est justifié par la nature des surfaces analysées dans la présente étude.

Pour des aspérités cylindriques

équidistantes la résistance *Rs* peut prendre la forme simple suivante :

$$R_{s} = \frac{\sqrt{\pi}}{2.\lambda_{s}.\sqrt{N.S^{*}}} \cdot \left(1 - 1, 41.\sqrt{S^{*}}\right) + \frac{2d'}{\lambda_{s}.S^{*}} \cdot \left(1 - S^{*}\right) \quad (2)$$

où : $S^* = A_r / A_a$, N est la densité des aires de contact et $d' = \frac{\lambda_1 . d_2 + \lambda_2 . d_1}{\lambda_1 + \lambda_2}$ et λ_s est la moyenne harmonique des conductivités des deux milieux en contact λ_1 et λ_2 : $\frac{2}{\lambda_s} = \frac{1}{\lambda_1} + \frac{1}{\lambda_2}$

L'expression de la résistance de la voie fluide est :

$$R_f = \frac{d}{\lambda_f^e} \tag{3}$$

 λ_f^e est la conductivité thermique effective du milieu interstitiel, *d* est la distance de séparation des plans moyens des surfaces en contact.

Les équations 2 et 3 montrent que Rs et Rf dépendent fortement de N, S^* et de d.

2.2 Procédure expérimentale

Avant de monter l'échantillon sur le dispositif de mesure, on procède d'abord à des relevés topographiques au moyen d'un profilomètre optique. Pour chaque mesure, thermique ou mécanique, l'échantillon métallique et le saphir doivent être bien nettoyés. Ensuite, on procède au montage de l'ensemble échantillon– saphir et à la mise en contact pour un bon alignement de l'ensemble. Pour un échantillon donné, on réalise ainsi huit mesures thermiques correspondant à des pressions de contact allant de 0,5 à 216 bars.

Après chaque expérience réalisée à une pression de contact donnée, on fait un relevé profilométrique de la surface. Par la suite, sur le dispositif expérimental, on remplace la boîte froide par la plaque d'observation, on charge l'interface pour le ramener à la pression de contact et on procède à une prise de vue de l'interface sous charge à travers la paroi de saphir.

Rappelons que pour le matériau constituant les échantillons, on procède également à l'essai de micro-dureté. Ce dernier se présente comme une série de relevés que l'on effectue avec différentes valeurs de l'effort appliqué. Pour chaque valeur d'effort, on réalise sept empreintes et on considère la valeur moyenne pour le tracé de la courbe de micro-dureté.

3. APPROCHE EXPERIMENTALE

Nous présentons dans cette section le dispositif de mesure de la RTC, et la cellule de visualisation qui permet l'observation et la photographie sous microscope.

II. 3.1 Le dispositif de mesure de la RTC

Il est composé de cinq éléments principaux (Fig. 1). Le saphir (1), l'échantillon en laiton ou en acier muni de thermocouples (5), la chaufferette (3), la boîte froide (4) et le système de chargement pneumatique (7).

L'échantillon repose sur la chaufferette électrique constituant la source chaude, montée sur un siège faiblement conducteur (11). La boîte à eau (source froide) est disposée en contact parfait avec le saphir. On enduit les surfaces très lisses du saphir et de la boîte à eau de graisse graphitée pour améliorer le contact thermique. En fait, la boîte à eau vient remplacer la couronne portant la fenêtre de visualisation comme cela est représenté sur la figure 1a. Elle est traversée par un écoulement d'eau régulé thermiquement et sert ainsi à entretenir un gradient de température suivant l'axe de symétrie. L'ensemble saphir échantillon _ chaufferette est monté sur un siège conique (10) porté par une bille en Acier L'effort de charge d'origine (9). pneumatique allié à ce type d'appui (rotule) sert à éviter les contacts partiels (phénomène d'entrebâillement) à l'interface.

Les échantillons sont de forme cylindrique de hauteur 10mm et de diamètre 8mm. Chacun est équipé de quatre thermocouples de type K soudés au fond de trou radiaux de 0.5mm de diamètre. Les positions des points de se situent dans l'axe de mesure

l'échantillon. Les distances respectives des soudures chaudes jusqu'à l'interface sont respectivement de 1.5, 3.5, 5.5 et 7.5mm. Cet échantillon est en contact imparfait avec une plaque de saphir monocristallin se présentant comme un disque poli de même diamètre (8mm) et d'épaisseur 2mm. Ses deux faces sont polies et présentent une rugosité Ra de l'ordre de 30nm.



Figure 1. Le schéma de principe du dispositif de mesure



64

Sur son autre base, l'échantillon est mis en contact avec une chaufferette électrique de même section pouvant dissiper une puissance de 4 watts. L'ensemble chaufferette - échantillon rugueux - saphir est monté aligné dans un associé à un système gabarit de chargement pneumatique qui transmet la charge à l'échantillon par le biais d'une bille de roulement de telle sorte que les interfaces présentent des contacts uniformes. Le système de chargement pneumatique est conçu et réalisé au laboratoire. Il est constitué essentiellement d'un cylindre de 60mm de haut et 95mm de diamètre intérieur et d'un piston métalliques suffisamment rigides pour supporter la pression de l'air comprimé délivrée par du réseau (environ 6bars). Deux trous sont réalisés sur la paroi du cylindre. Le premier assure l'entrée de l'air comprimé et le second accueille un capteur de pression, de type Kisler XT-190M-7-BAR-G. Il est relié à un conditionneur de type AW180-A10S-FN ayant une sortie analogique 0-10volts en courant continu. Comme le montre la figure 1, le cylindre accueilli le piston avec un jeu très faible permettant à ce dernier de se déplacer sans frottement sous l'action de l'air comprimé rentrant par l'ouverture N°1. Les déperditions à travers le jeu sont négligeables devant la régnant l'intérieur pression à de l'enceinte. Le rapport entre la section de l'échantillon et la section circulaire du piston supportant la pression d'air permet de déterminer la pression apparente de contact. Cette dernière est contrôlée grâce au capteur de pression implanté tout en bas de la paroi latérale de l'enceinte. Un régulateur de pression est utilisé pour réguler la pression d'air du secteur afin de la garder constante. En aval, une vanne est placée juste à l'entrée du cylindre. Elle permet de contrôler le débit d'air provenant du réseau. Une bille en Acier transmet l'effort de compression venant du système pneumatique vers l'ensemble saphir-échantillon. Elle permet à

l'échantillon de pivoter librement et être guidé pour venir en contact plan avec le saphir. La bille est positionnée entre deux sièges, le premier est fixé sur le piston et le deuxième loge l'échantillon métallique. Une couronne en acier dur d'une épaisseur de 20mm est montée au-dessus de l'enceinte contenant le système pneumatique. Cette couronne offre la possibilité d'emplacement des différents accessoires nécessaires à la mesure thermique et à la visualisation de l'interface.

Une alimentation stabilisée est reliée à la chaufferette. La mesure du courant permet le réglage du chauffage. Une chaîne d'acquisition est utilisée pour enregistrer les réponses des thermocouples et du capteur de pression.

3.2 La cellule de visualisation (Fig. 1b)

Au moyen d'un mécanisme appelé ici la cellule de visualisation, on charge l'interface saphir-métal jusqu'à la pression de contact choisie pour réaliser la mesure de la RTC. Pour cela, la plaque de saphir est encastrée sur le bâti grâce à une couronne en acier (4' sur Fig. 1b) d'épaisseur 10mm solidaire du couvercle du système de chargement pneumatique. Une fenêtre d'observation de 3mm de diamètre au centre de cette couronne permet l'observation et la photographie de l'interface. La photographie à travers le saphir transparent est faite au moyen d'un appareil photo numérique monté sur un stéréo-microscope K700 qui offre un grossissement allant de 6 à 50X. De haute résolution, l'appareil photo offre un grossissement supplémentaire de 1,25X. Il est monté sur la sortie Trino du stéréomicroscope. L'éclairage annulaire à fibre optique est monté sur l'objectif primaire du stéréo-microscope. Il donne une diffusion uniforme de la lumière au niveau de la surface observée. L'appareil photo est piloté par un PC. Un logiciel de traitement d'image permet par la suite de déterminer le nombre de points de contact.

La figure 2 présente les différentes composantes de la cellule de visualisation.

3.3 Dispositif de profilométrie (Fig. 3)

Avant et après chaque chargement pour la mesure de la RTC, on relève la topographie de la surface de l'échantillon qui est mise en contact avec le saphir. Pour cela, on utilise un profilomètre UBM de type UBC14 à focalisation dynamique. Sa définition est de 0,5µm dans le plan de la surface et de 6nm dans la direction normale à la surface.

4. LES PREMIERS RESULTATS

Ils ne concernent que des surfaces dites 'contrôlées'. Nous avons choisi de débuter l'étude sur des surfaces d'échantillon à aspérités pyramidales obtenues par usinage.

4.1 La détermination de S* et de d par l'analyse topographique

On se propose d'observer le processus de déformation à la surface d'une éprouvette cylindrique en laiton ayant une présentant topographie base une pyramidale. La pyramide élémentaire présente 280µm de coté de la base et 60µm de hauteur avec des imperfections d'usinage qui différencient les pyramides entre elles. Des relevés topographiques sont réalisés avant et après chaque chargement sur une zone couvrant une douzaine de pyramides La figure 4 montre un exemple. On suppose que cette zone est représentative de la totalité de la surface. Par la suite, les relevés de chaque pyramide sont considérés individuellement même pour un traitement.



Figure 3. Le profilomètre optique



Figure 4. Exemple d'un relevé profilométrique S=1mm²



Figure 5. Les profils de la pyramide 4C écrasée à P=21MPa : (a) suivant l'axe (OX), (b) suivant l'axe (OY)

4.1.1 Les paramètres de rugosité : « détermination de d »

le tableau 1. on présente Sur l'évolution décroissante des paramètres de rugosité en fonction de la pression de contact de la pyramide numéro 4, lors de l'écrasement par palier. R_a et R_q restent quasi constants, seuls R_p et R_t sont fortement modifiées par le chargement. Au chargement maximum de P=211bar, on observe un écrasement égal à 10.1µm donné par la variation de la rugosité totale R_t . R_p représente la distance d entre le plan moyen de la surface rugueuse et le pic le plus haut. On note que cette distance a décru de 8,5µm.

L'étude comparative des relevés topographiques des pyramides montre, qu'en raison des différences entre les rugosités secondaires, et probablement de celles entre les géométries des sommets, on observe d'une pyramide à une autre que la valeur de R_p présente des variations. Mais ces dernières restent faibles. La valeur de *d* entre les deux surfaces est prise égale à la valeur moyenne de R_p , déduite de l'observation pour chaque charge. Avant chargement on trouve d=36,3 μ m. L'évolution de *d* en fonction de la pression de contact est donnée dans la dernière colonne du tableau 1.

Tableau 1. Les paramètres de rugosité dela pyramide 4

P (bars)	<i>Ra</i> (µm)	<i>Rq</i> (µm)	<i>Rp</i> (µm)	<i>Rt</i> (µm)	d (µm)
0	8,79	10,72	37,45	57,38	36,3
2,3	8,72	10,65	36,02	54,22	35,5
83,1	8,71	10,61	33,66	51,76	33,5
211,4	8,65	10,49	28,94	47,31	30

4.1.2 Estimation de S* à partir des courbes de portance

On peut estimer S^* en utilisant la courbe d'Abbott de trois manières différentes La première qui s'inspire de la technique de superposition de profils proposée par Fenech et Roshenow [16] est proposée par Assafraoui [4]. Elle consiste à supposer que le taux réel de contact corresponde à l'abscisse du point de concours des deux courbes de portance

établies avant et après chargement. La seconde consiste à considérer que le taux réel de contact est approximativement égal à la portance à hauteur de la rugosité totale enregistrée après écrasement. C'est l'hypothèse de la troncature considérée dans certains modèles mécaniques [17]. Ces deux premières méthodes présentent l'inconvénient d'ignorer seconde la échelle de rugosité que l'on peut observer aisément sur les surfaces très rugueuses, comme cela est le cas des surfaces pyramidales. Cela est illustré par l'exemple sur la figure 5 qui représentent profils suivant les deux les axes perpendiculaires de la base d'une pyramide. On relève bien une rugosité secondaire caractérisée par une valeur de R_t de l'ordre de 2µm.

Une troisième méthode qui peut être alternative, consiste à analyser finement le relevé topographique de la surface après écrasement. Dans un premier temps, celleci est applicable aux surfaces à aspérités pyramidales seulement. Le champ d'observation du profilomètre est alors limité au sommet écrasé, pour s'intéresser particulièrement à la seconde échelle de rugosité. On relève la topographie avec une finesse permettant de distinguer la variation du taux de portance entre deux valeurs que l'on notera G_{min} et G_{max} . Cette observation est faite sur toute la population de la douzaine de pyramides supposée représenter l'intégralité de la surface étudiée. À chaque pression, On estime que la valeur moyenne de S^* est comprise dans l'intervalle moyen $[G_{min}]$ G_{max}] sans plus de précision. Sur la figure 6, On donne un exemple d'analyse de courbes de portance de la pyramide 4 de la figure 4. On y représente trois courbes. La première en triangle plein représente la portance avant chargement. Les deux courbes, en carrés et en cercles pleins, donnent portance de la pyramide après un chargement de P=211bars. La courbe en cercles pleins bénéficie d'une résolution verticale améliorée. Cela a permis de détecter clairement la présence de la

rugosité secondaire. Sur cette courbe, les trois premiers points représentent la portance liée à cette rugosité secondaire. Le premier point est défini comme G_{min} , valeur minimale de la portance après chargement sûrement inférieure à la valeur minimale de la surface réelle de contact S_{min} . La variation de pente observée après le troisième point traduit sans aucun doute la limite de la rugosité secondaire. Cela a été observé systématiquement sur les relevés des douze pyramides couvrant la section observée. On pourrait interpréter cela par une densité de creux de plus en plus faible menant à la valeur de la portance du palier correspondant à une hauteur d'un peu moins de 28µm. Cette valeur de portance est maximale et dépasse sûrement la valeur maximale du taux réel de contact. S* présente une valeur supérieure à celle de G_{min} et inférieure à celle de G_{max} L'analyse des courbes d'Abbott enregistrées avant et après chaque chargement, permet de déterminer la valeur moyenne de S* sur la surface d'observation. Connaissant les valeurs de N, d et S^* , on peut alors estimer la RTC au moyen du modèle théorique simple de Bardon [4].

4.1.3 Discussion des résultats de la topographie (Fig. 7)

En comparant les résultats de mesure de la RTC aux valeurs théoriques données par le modèle retenu, on a pu constater que la détermination de S* à partir du point d'intersection des deux courbes d'Abbott avant et après chargement ou à partir de l'hypothèse de troncature (fondée sur la différence des valeurs de rugosité totale avant et après chargement) tend à le surestimer. Ces deux techniques ignorent la rugosité secondaire. Cela explique la grande différence entre la mesure de RTC et son estimation en fonction de *S** obtenu par ces deux techniques. Ces dernières ne prennent en compte que la première échelle de rugosité, c'est celle de la taille de la pyramide. L'examen du détail de la

courbe de portance des régions hautes de la rugosité après écrasement a mis en évidence la présence d'une seconde échelle de rugosité aux sommets des pyramides qui ne peut être négligée. On détermine ainsi un intervalle de valeurs du taux de portance borné par les limites de cette échelle de rugosité. On constate que, à chaque pression, la valeur mesurée de la RTC reste comprise entre les deux valeurs de RTC estimées en fonction de ces deux valeurs limites de S*.

4.2 Estimation de S* par caractérisation mécanique

On considère que la pression apparente de contact est égale à la micro-dureté au niveau du sommet de l'aspérité. S^* est estimé par le modèle de Bowden et Tabor [18, 19] en utilisant la dureté Brinnel H_B issue d'un essai mécanique classique. Ensuite en vue d'explorer l'effet du phénomène d'écrouissage sur le contact réel, S^* est estimé en fonction de la microdureté effective H_c obtenue par le modèle de Yovanovich [20]. H_c vient remplacer H_B dans le modèle de Tabor tel que: $S^* = A_r/A_a = P/H_c$

L'essai de dureté Vickers de la figure 8 sur du laiton montre qu'à partir d'une charge égale à 100g, la dureté reste constante (1,265GPa) est égale à H_B . Elle permet, ainsi que les pentes des sommets des 12 pyramides et la pression de contact, d'estimer la micro-dureté effective du matériau Hc au niveau des spots de contact. *Hc* se déduit par l'expression [6]:

$$\frac{P}{H_{c}} = \left(\frac{P}{1,62.c_{1} \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0}.m}\right)^{c_{2}}}\right)^{\frac{1}{(1+0.071.c_{2})}}$$

Cette relation met en évidence le degré de dépendance du rapport P/H_c aux paramètres $\sigma_m, c_1, c_2 \ et \ P \cdot$ $\sigma_0 = 1 \mu m$ et c_1 et c_2 sont déterminés par l'expérience. Pour des matériaux dont H_B est de l'ordre de 1,3 à 7,6GPa, c_1 et c_2 s'écrivent :

$$\begin{cases} \frac{c_1}{H_{BGM}} = 4,0 - 5,77.Z + 4,0.Z^2 - 0,61.Z^3 \\ c_2 = -0,570 + \frac{Z}{1,22} - \frac{Z^2}{2,42} + \frac{Z^3}{16,58} \\ Z = \frac{H_B}{H_{BGM}} \end{cases}$$

La figure 7 compare le résultat de calcul utilisant H_B et H_c . La pente moyenne des 12 pyramides est de 0,54.



Figure 6. Courbes d'Abbott de la partie haute de la pyramide 4 avant et après écrasement à *P*=211bars



Figure 7. La comparaison de RTC mesurée et RTC estimée en fonction de S*, N et d



Figure 8. Essai de micro-dureté Vickers, laiton 4.2.1 Discussion des résultats de la

caractérisation mécanique (Fig. 8)

A faibles pressions (2,3 bar), l'estimation de la RTC en fonction de H_B et H_c donne respectivement un écart relatif de 8% et 140% de celle estimée par la mesure thermique. A hautes pressions (83 bar et 211 bar) On constate que l'utilisation de la dureté Brinell surestime le taux réel de contact, et donne ainsi une valeur de RTC beaucoup plus faible que celle estimée par la mesure thermique (écart relatif de plus de 45%). Tandis que les valeurs de S^* estimées en fonction de *Hc*, que ça soit avec le modèle de Tabor, sont bien contenu dans l'intervalle [G_{min},G_{max}]. Dans ce cas la RTC est estimée avec un écart relatif de 8% de la RTC obtenue par la mesure thermique.

4.3 La mise au point d'une technique pour la détermination de N et S* par l'imagerie

Au cours du chargement, l'interface saphir –métal est photographiée. Le traitement de l'image permet de compter les spots de contact et estimer l'aire réelle de contact. Sur la figure 9, on présente l'évolution d'une interface pyramidale saphir-laiton au cours de chargements à P= 0.5, 3, 20, 80 et 211 bars. Bien que l'usinage a été soigneusement réalisé, la densité de point de contact n'atteint sa valeur maximale qu'à P = 83 bars. Cette technique est donc prometteuse. La densité de points de contact déterminée par cette technique est utilisée dans l'estimation de la résistance thermique de contact.



Figure 9. L'évolution de l'interface saphir-laiton sous chargement progress

5. CONCLUSION

Nous avons présenté une approche expérimentale servant à étudier l'évolution des paramètres de contact en vue d'estimer théoriquement les variations de RTC. Elle utilise une interface particulière entre un matériau très dur, lisse et transparent comme le saphir de synthèse et le laiton ou l'aluminium. De plus la surface de l'échantillon est pyramidale pour mieux maîtriser la densité de point de contact.

L'analyse profilométrique montre l'estimation du taux réel de contact, basée sur la comparaison des courbes d'Abbott. Cette technique surestime S*. Elle ne prend pas en compte la deuxième échelle de rugosité au niveau des sommets des aspérités. En revanche, l'analyse de la courbe d'Abbott après chargement et notamment la détection du premier changement de pente donne une valeur de portance qui correspond au taux réel de contact.

La mesure de la micro-dureté combinée au modèle de Yovanovich donne des

valeurs de RTC très proche de la mesure. Enfin, la détermination de N et S* par

l'imagerie donne des résultats intéressants notamment pour des chargements assez importants.

6. NOMENCLATURE

 A_a La surface apparente de contact

	(m ²)
A_r	La surface réelle de contact (-)
$c_1 et c_2$	Coefficients de la micro-dureté
	(-)
d	La distance de séparation entre
	les deux plans moyens des
	surfaces en contact (µm)
H_B	Dureté Brinell (GPa)
H_{BGM}	La moyenne géométrique des
	valeurs minimale et maximale de
	H _B lors d'un essai (GPa).
Нс	Dureté effective(GPa)
т	La pente du sommet de
	l'aspérité (-)
Ν	Densité de points de contact (m
	1)
Р	La pression de contact (Mpa ou
	bar)
Ra	La rugosité moy. arithmétique
	(μm)
Rp	La hauteur du pic le plus haut
	par rapport au plan moy. de la
	surface (µm)
$R_q = \sigma$	La rugosité moy. quadratique
	(μm)
Rt	La rugosité totale (µm)
RTC	La résistance thermique de
~ .	contact (m ² K/W)
S^*	Taux réel de contact (%)

Références

[1] J.P. Bardon, *Contribution à l'étude du transfert de chaleur au contact de deux matériaux*, Thèse de doctorat d'état, université de Poitiers, 1965.

[2] J.P. Bardon, *Introduction à l'étude des résistances thermiques de cont*act, R.G.T. Vol. 125, 1972.

[3] M. Belghali, « Etude de l'effet de la distribution des aspérités de surface sur la résistance thermique de contact métalliques pressés», Thèse de doctorat, université de Nantes, 1995.

[4] A. Assefraoui, Etude optique, mécanique et thermique simultanée et sous pression d'écrasement, de la résistance thermique et des microdéformations (densité et aire des points de contact) d'une interface Aluminium- Saphir. Comparaison avec un modèle prédictif, Thèse de doctorat, université de Nantes, 1999.

[5] B. Bensaad, Etude expérimentale de l'évolution et de l'établissement de l'état de surface d'un matériau métallique en contact avec un plan de saphir : application à la modélisation des résistances thermiques de contact, Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique de l'université de Nantes, 2008.

[6] B. Bourouga, V. Goizet et. J.P. Bardon, *Modèle prédictif de résistance thermique de contact dynamique adapté au cas de l'interface pièce-outil de forgeage*, Int. J. of Heat & Mass Transfer, Vol. 46, Issue 3, 2002, p.565-576.

[7] J.A. Greenwood et J.B.P. Williamson, *Contact of nominally flat surfaces*, Proc. R. Soc., London, Vol. 295, 1966, p.300-319.

[8] A.W. Bush, R.D. Gibson et T.R. Thomas, *The elastic contact of a rough surface*, Wear, Vol. 35, Issue 1, 1975, p.87-111.

[9] J.F. Archard et R.A. Onions, *The properties of random surfaces of significance in their contact*, Proc. Roy. Soc. Lond., Vol. A. 316, 1970, p.97-121.

[10] M.G. Cooper, B.B. Mikic et M.M. Yovanovich, *thermal contact conductance, Heat Mass Transfer*, Vol. 12, 1969, p.279-300.

[11] B. Garnier, D. Pierrat et F. Danes, Distribution de taille et de forme des aspérités : effets sur le contact thermique,
la revue de métallurgie-CIT/ Science et Génie des Matériaux, 2000.

[12] B.B. Mikic, *Thermal contact conductance; theoretical considerations,* Int. J. of Heat and Mass Transfer, Vol. 17, Issue 2, 1974, p.205-214.

[13] M.R. Sridhar, M. Yovanovich, Elasto-plastic contact conductance model for isotropic conforming rough surfaces and comparison with experiments, J. of Heat Transfer, Vol. 118, 1996, p.3-9.

[14] A. Madjumdar et B. Bhushan, *Fractal model of elastic –plastic contact between rough surfaces*, Journal of tribology, Vol. 113, 1991, p.1-11.

[15] B. Bhushan, A. Majumdar, *Elastic-plastic contact model for bi-fractal surfaces*, Wear, Vol. 153, Issue 1, 1992, p. 53-64.

[16] H. Fenech et W. Rohsenow, *Thermal* contact conductance of metallic surfaces in contact. Massachuss Institute of technology, 1959.

[17] T. Hisakado et T. Tsukizoe, *Effects of distribution of slopes and flow pressures of contact asperities on contact between solid surfaces*, Wear, Vol. 30, 1974, p.213-227.

[18] D. Tabor, *The hardness of materials*, Oxford, Clarendon Press, 1951.

[19] F.P. Bowden et D.Tabor, *Friction and lubrication of solids*, Part. I, Clarendon Press, Oxford, 1964.

[20] M. Yovanovich, *Micro and macro hardness measurements, correlations and contact models*, 44th AIAA Aerospace Sciences Meeting and Exibit, Reno, Nevada, 2006, p.9-12.

ملخص

Utilisation du Kurtosis dans le diagnostic des défauts combinés d'engrenages par la transformée continue en ondelettes

Kamel Belaid¹, Abdelhamid Miloudi², Mohand Slimani³

 Département de Génie Mécanique, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Algérie.
²⁾ Laboratoire de Mécanique Avancée, USTHB, Alger, Algérie.
³⁾ Laboratoire de Mécanique, Structures et Energétique, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Algérie.

Accepté le 28/07/2010

يحتوي هذا العمل على الكشف عن عيبين مجتمعين من نوع الصدمة مثل على منظومة دواليب عن طريق التحويل المستمر للموجات. الفكرة هي عبارة عن حساب المعاملات بخطوات جداول دقيقة للغاية (0,1) التي سيكون لها كثير التكرار، ثم يتم حساب التفرطح (كير طوزيس) لجميع ناقلات المقاييس، وإعطاء تركيز الطاقة حول كل تردد صدى أثير من قبل العيوب، وهذا التركيز من الطاقة في يمثل بتكرار المحدبات على الرسم البياني للتفرطح، وتحليل العوامل التي هي في كل حدبة يتيح العودة إلى العيوب التي كانت السبب في ذلك.

الكلمات المفتاحية: التحويل المستمر للموجات؛ عيوب مجتمعة؛ عيوب الدواليب؛ التفرطح ؛ التشخيص.

Résumé

Ce travail consiste à détecter deux défauts combinés de type choc, simulés sur un engrenage par la transformée continue en ondelettes. L'idée est de calculer les coefficients avec un pas très fin (0,1) de discrétisation des échelles ce qui permettra d'avoir une redondance importante, ensuite le Kurtosis est calculé pour tous les vecteurs des échelles, ce qui donne une concentration d'énergie autour de chaque fréquence de résonance excitée par les défauts. Cette concentration d'énergie se traduit par des bosses de redondance sur le graphe du Kurtosis. Enfin, l'analyse des coefficients associés à chaque bosse permet de remonter aux défauts qui les ont excités.

Mots-clefs : transformée continue en ondelettes ; défauts combinés ; défauts d'engrenages ; kurtosis ; diagnostic.

Abstract

This work consists in detecting two combined defects, simulated on gears using continuous wavelet transform. The idea is to calculate the wavelets coefficients with a very fine discretization of scales (0.1) which makes it possible to have an important redundancy, then Kurtosis is calculated for all vectors scales, giving an energy concentration around each resonance frequency excited by the defects. This energy concentration results in redundancies bumps on the graph of Kurtosis. Finally, the analysis of coefficients associated to each bump allows identifying the defects which have excited them.

Keywords: continuous wavelet transform; combined shock defects; gears defects; kurtosis; diagnosis.

Auteur correspondant: amiloudi@usthb.dz (Abdelhamid Miloudi)

[©] Université Badji Mokhtar - Annaba (Algérie).

1. INTRODUCTION

Réaliser un diagnostic adéquat sur l'état de santé d'une machine, revient à détecter tous les défauts qui l'on affecté au cours de son fonctionnement. Or, il existe des situations pour lesquelles il est vraiment difficile d'obtenir un tel résultat.

Parmi ces situations, la présence de deux défauts de type choc affectant un ou deux organes d'une machine. Cette difficulté peut s'expliquer déjà, par la rareté des travaux, ou même des méthodes, qui traitent ce genre de situation. Dans un article précédent, il est proposé une méthode de diagnostic de deux défauts combinés par les ondelettes, défaut à savoir : un de balourd (stationnaire) sur un arbre supportant un pignon qui a une dent défectueuse (instationnaire) [1]. Ces 2 défauts présentent la même image vibratoire, mais ne sont pas de la même nature ; ce qui permet de séparer leurs composantes sans difficulté.

Les méthodes les plus utilisées pour détecter les défauts de type choc sont l'analyse spectrale, l'analyse cepstrale, la démodulation ou bien l'analyse des résonances repérées dans le spectre. En pratique, ce n'est pas toujours aussi facile d'obtenir un bon résultat avec ces dernières, vu les inconvénients de chacune de ces méthodes, surtout en présence de plusieurs défauts.

Un défaut de type choc génère une onde de choc dont l'étendue temporelle tend vers zéro, donc son spectre coiffe toutes les fréquences, ce qui permet l'excitation des résonances des structures ou d'organes composants la machine [2]. Beaucoup de travaux ont utilisé la méthode HFRT (High Frequency Resonance Technique) qui consiste à étudier justement ces résonances pour détecter les défauts qu'elles ont excitées [3,4].

Nikolaou et Antoniadis ont utilisé 2 méthodes pour déterminer les coefficients d'ondelettes relatifs à la fréquence de résonance, la première consiste à prélever l'amplitude maximale dans chaque colonne de la matrice des coefficients ; alors que la seconde propose un seuil qui filtre les coefficients en ne laissant que ceux qui représentent la résonance [5].

Dans ce travail, le Kurtosis est utilisé pour l'échelle retrouver dont les coefficients représentent la meilleure résonance excitée. Le Kurtosis est un indicateur scalaire sollicité dans le domaine temporel pour la détection des défauts qui génèrent des signaux impulsionnels. Il est très sensible à l'apparition de chocs dans un signal généré par une machine. L'arrivée de la transformée en ondelettes, qui est une méthode très puissante dans le diagnostic, a permis de confirmer, une autre fois, l'intérêt de cet indicateur utilisé dans plusieurs travaux de recherche qui ont attrait à la détection de défauts de types chocs.

Lin et Zuo ont appliqué le Kurtosis pour la recherche du meilleur profil de l'ondelette de Morlet afin de rapprocher la forme d'un signal instationnaire ; il est calculé pour plusieurs combinaisons de l'échelle « a » et du paramètre « ξ » qui contrôle la forme de l'ondelette mère [6]. Aussi, après la décomposition des détails et approximations d'un signal, le Kurtosis peut être appliqué à ces derniers et sa valeur la plus importante concerne le détail qui représente le signal relatif au choc [7]. Le Kurtosis est aussi utilisé, dans le cas de la Transformée Continue en Ondelettes (CWT) comme un indicateur reconnaître l'échelle dont les pour coefficients contiennent l'information relative au signal du type choc : c'est la valeur la plus élevée [8]. En effet, puisque le pas est de 1, ceci permet seulement de détecter le défaut le plus important en amplitude, c'est-à-dire le plus grave ou bien celui qui a excité une résonance bien amortie.

La transformée continue en ondelettes (CWT) est redondante, c'est-à-dire que l'information qui se trouve dans un vecteur d'échelle peut se retrouver dans d'autres, autrement dit, si une information sur une composante donnée se trouve dans un vecteur d'échelle, alors elle sera présente dans les vecteurs avoisinants, de part et d'autre de l'échelle caractéristique.

La démarche consiste donc à calculer les coefficients d'ondelettes avec un pas de discrétisation d'échelle de 0,1 ; ce qui donne une redondance importante permettant de localiser la concentration d'énergie autour des fréquences des résonances présentes dans le signal. Pour localiser ces fréquences, le Kurtosis est appliqué aux coefficients selon les échelles et ainsi. des bosses de redondances se constitueront autour de chaque fréquence, par la suite, si ces résonances sont bien amorties, l'analyse permettra de remonter aux défauts qui les ont excités.

2. ETUDE THEORIQUE ET SIMULATION

La transformée de Fourier et ses dérivées permettent de localiser l'information soit dans le domaine fréquentiel, soit dans le domaine temporel, mais pas simultanément. La nécessité d'avoir ces deux informations sur le même graphe a poussé Gabor à proposer une représentation temps/fréquence, qui a pris le nom de la transformée de Fourier à court terme (TFCT) et qui consiste à faire translater une fenêtre, de largeur fixée au préalable, d'un bout à l'autre du signal [9].

La constance de la taille de la fenêtre dans la TFCT engendre 2 inconvénients aui limitent considérablement son efficacité, il s'agit de la faible résolution temps/fréquence conjointe de et l'impossibilité d'étudier 2 phénomènes de différentes échelles pendant l'analyse. Ces problèmes trouvent la solution dans la variation de la taille de la fenêtre au cours de l'analyse, permettant la transformée en ondelettes proposée par Morlet [10]. Ceci consiste à dilater ou comprimer la fonction d'analyse $\Psi(t)$ (Ondelette de référence) par un facteur d'échelle « *a* », et la translation de la fonction $\Psi(t)$ sur le signal est assurée par un facteur de décalage « *b* » tel que représenté (éq. 1) :

$$\Psi_{a,b}(t) = \frac{1}{\sqrt{a}} \Psi\left(\frac{t-b}{a}\right) \tag{1}$$

avec $\frac{1}{\sqrt{a}}$ un coefficient utilisé pour avoir

la même énergie dans chacune des ondelettes analysantes. La notion de fréquence est remplacée par la notion d'échelle et celles-ci sont inversement proportionnelles.

La transformée en ondelettes (TO) s'interprète comme un filtrage adapté multi-échelle ayant pour objectif la recherche des instants où le signal ressemble le plus à une forme connue à priori et cela pour différentes versions dilatées de cette forme. Ainsi, elle adapte la taille de la fenêtre d'analyse aux caractéristiques locales du signal : petite fenêtre lorsque le signal varie rapidement grande fenêtre lorsque ses et plus variations sont lentes [11]. La résolution temporelle est plus importante pour les hautes fréquences que pour les basses et inversement, la résolution fréquentielle est plus importante pour les basses fréquences que pour les hautes.

La version continue de cette méthode (*CWT*) consiste à trouver une grandeur $C_w(a,b)$ qui quantifie la ressemblance du signal à analyser s(t) avec l'ondelette ψ a,b(t) en faisant varier les paramètres a et b dans un domaine continu (ils peuvent prendre des valeurs de l'ensemble des réels R) [10,12].

Cette grandeur est le produit scalaire du signal s(t) et de l'ondelette $\psi_{a,b}(t)$:

$$C_{w}(a,b) = \int_{-\infty}^{+\infty} s(t) \ \overline{\psi_{a,b}(t)} \ dt \qquad (2)$$

avec $\overline{\psi_{a,b}(t)}$ est le conjugué de $\psi_{a,b}(t)$ et s(t) le signal mesuré.

Ce coefficient renseigne sur la similitude qui existe entre le signal et l'ondelette, autrement dit, l'importance de la fréquence 1/a autour du point b (ou à l'instant b) pour le signal. Les coefficients $C_w(a,b)$ affectés à chaque fonction élémentaire $\psi_{a,b}(t)$ pour décomposer un quelconque, transmettent signal une information directe sur les propriétés temporelles et fréquentielles du signal. Elles permettent en conséquence de repérer avec précision l'apparition d'une fréquence donnée à un instant donné dans un signal.

Bien que la transformée continue en ondelettes mène vers une représentation temps-échelle, mais c'est le concept de fréquence qui est le plus explicite et le plus utilisé dans la caractérisation des phénomènes physiques. C'est pour cela qu'il est indispensable de lier ces 2 concepts. L'équation (3) permet de passer d'un domaine à l'autre [13] :

$$a = \frac{f_{co}}{f} f_e = \frac{f_{co}}{f \Delta t}$$
(3)

 f_{co} : fréquence centrale f_e : fréquence d'échantillonnage $l/\Delta t$, Δt : résolution temporelle ;

Dans ce travail, c'est l'ondelette de Morlet qui est utilisée pour l'analyse des signaux, son équation mathématique est définie par une sinusoïde modulée par une

Tableau 1. Caractéristiques du signal simulé

exponentielle, et pour des valeurs d'échelles faibles, la forme des ondelettes engendrées avoisine celle d'un choc [14].

Le Kurtosis, qui est utilisé pour la recherche des résonances, est donné par suivante :

$$K_{urt} = \frac{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} (s(i) - \bar{s})^4}{\left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} (s(i) - \bar{s})^2\right]^2} (\bar{s} \text{ la moyel } (4)$$

K_{urt} : Kurtosis ;

N : nombre d'échantillons.

Etant donné un signal comportant 2 composantes instationnaires générées par l'équation (5) dont les caractéristiques sont données dans le tableau 1 [15], le signal résultat est la somme des deux signaux instationnaires (Fig. 2) et du bruit :

$$s(t) = Ae^{-t/\tau} \sin 2\pi f_L t * \sum_{k=0}^{\infty} \delta(t - kT_d) \quad (5)$$

 τ : temps de relaxation, f_L : fréquence d'oscillations

$$f_L$$
: frequence
($f_L = f_0 \sqrt{1 - 1/Q^2}$),

Q : facteur d'amplification,

 f_0 : fréquence de résonance),

 T_d : période de répétition des chocs $(1/f_d)$.

	Fréquence de défaut f_d	Nombre de chocs k	Fréquence de résonance f_0	Echelle correspondante	Temps de relaxation τ	Amplitude A
Signal 1	5 Hz	4	800 Hz	5	0.004 s	2
Signal 2	17.5 Hz	14	1500 Hz	3	0.004 s	2

Un signal de type choc est composé de 2 fréquences ; l'une relative au défaut et l'autre concerne la résonance excitée (éq. 5). L'étude de cette résonance permet de remonter à la fréquence du défaut [16], mais en pratique, cette dernière n'est pas connue au préalable. Les échelles données dans le Tableau 1, qui sont déterminées par l'équation 3, concernent donc, les fréquences de résonances (en remplaçant f par la fréquence de résonance).

La figure 3 donne le spectre du signal simulé, où est repérée la fréquence 1500 Hz, mais la fréquence à 800 Hz



Figure 1. Les trois composantes du signal

pas du bruit qui a une amplitude importante. Ceci peut s'expliquer par le nombre de choc composant chaque signal. Plus le nombre de choc est petit (Tab. 1), son spectre ou le spectre d'enveloppe présente des amplitudes faibles aux fréquences caractéristiques. Le calcul des coefficients de la CWT est limité à l'échelle 20 pour privilégier les hautes fréquences dans lesquelles se trouvent celles des résonances.

Le Kurtosis des coefficients d'ondelettes, avec un pas de discrétisation



Figure 3. Le spectre du signal simulé



Figure 5. Les coefficients d'ondelettes à l'échelle 5



Figure 2. Le signal simulé (SNR=1)

des échelles de 1, est donné dans la figure 4. Sa plus grande valeur est située au niveau de l'échelle 5, correspondant à la fréquence de résonance 800 Hz (Figs. 5, 6 et 7). Pour le deuxième défaut, la valeur de Kurtosis à l'échelle 3 n'émerge pas au delà des autres d'une manière significative. Donc, un pas de 1 est trop grand pour pouvoir détecter 2 phénomènes de même nature.



Figure 4. Le Kurtosis des coefficients (pas=1)



Figure 6. Le spectre des coefficients d'ondelettes à l'échelle 5



Figure 7. Le spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 5

La figure 8 montre le Kurtosis des coefficients avec un pas de discrétisation des échelles de 0,1. Dans ce cas, évidement plus d'informations sont observées, ce qui permet des concentrations d'énergie autour de chaque



sisten 2 4 2 0 0 5 10 15 20 Echelle

K. Belaid et al.

Figure 8. Le Kurtosis des coefficients (pas=0.1)

fréquence de résonance, caractérisées par des bosses. L'étude des coefficients de la deuxième bosse (Fig. 8) permet de détecter le défaut à 17,5 Hz (Figs. 9, 10 et 11).



Figure 9. Les coefficients d'ondelettes à *l'échelle 2,7*

Figure 10. Le spectre des coefficients d'ondelettes à l'échelle 2,7



Figure 11. Le spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 2,7

Il est constaté que la plus grande valeur du Kurtosis au niveau de la bosse 2 (Fig. 8) se trouve à l'échelle 2,7, et c'est exactement la valeur obtenue par l'équation 3 en ce qui concerne l'échelle de la fréquence 1500 Hz. L'amplitude à cette valeur est légèrement supérieure à celle de la figure 4 au niveau de l'échelle 3.

3. EXPERIMENTATION

Sur un réducteur à dentures droites, un défaut sur une dent de chaque pignon est simulé. Les défauts ont la forme de rayures sur le flanc de la dent, tout au long de sa largeur. Le défaut sur le pignon d'entrée est important par rapport à celui de sortie. Le premier défaut à détecter est celui du pignon d'entrée caractérisé par un peigne de raies à la fréquence de rotation de l'arbre A₁, et le second est la rencontre des 2 défauts, caractérisé par un peigne de raies à la fréquence de coïncidence (f_c) déterminée par l'équation suivante :

$$f_{c} = \frac{z_{1}f_{1}}{PPCM(z_{1}, z_{2})} = \frac{z_{2}f_{2}}{PPCM(z_{1}, z_{2})} \quad (6)$$

avec :

 z_i : nombre de dents de chaque pignon (i=1, 2),



Figure 12a. Schéma du banc d'essai

N°	Désignation	Caractéristiques
1	Moteur électrique M	P = 1.5 kW
2	Variateur de fréquence V	0 < f < 50 Hz
3	Arbre moteur A ₁	
4	Arbre récepteur A ₂	
5	Disques d'inertie (02) identiques D _i	Percés
6	Roue dentée R ₁	80 dents
7	Roue dentée R ₂	100 dents
8	Paliers (04) identiques P _i	1 rangée de bille
9	Accouplement Ac	Elastique

Tableau 2. Caractéristiques du banc d'essai

3.1 Etude de cas N° 1

Les signaux sont recueillis à une vitesse de rotation de 3000 tr/min (50 Hz)

 $PPCM(z_1, z_2)$: le plus petit commun multiple de z_1 et z_2 ,

 f_i : fréquence de rotation des arbres (i=1,2).

Le capteur utilisé est un accéléromètre de type piézoélectrique (placé sur le palier P1), avec une sensibilité de 9,82 mV/g et une réponse fréquentielle de 1 Hz à 4 kHz. Ce capteur, relié au boîtier modèle 4-2 voies, est connecté à l'analyseur de signal qui est piloté par un ordinateur utilisant un logiciel de traitement et d'analyse de signaux de type OROS 25.

La figure 12 montre le banc d'essai et le tableau 2 donne les caractéristiques techniques. Les signaux recueillis ont 4096 points (0,8 s) pour une fréquence d'échantillonnage de 5120 Hz.



Figure 12b. Photo du banc d'essai

dont la fréquence de coïncidence est égale à 10 Hz.



Figure 13. Signal à 3000 tr/min



Figure 15. Enveloppe du signal à 3000 tr/min



Figure 17. Coefficients d'ondelettes en 3D

La figure 14 montre les basses fréquences au niveau du spectre du signal, où il est constaté un peigne de raies à la fréquence 50 Hz relatif au défaut de la dent du pignon R1, mais cette situation ne permet pas d'être sûr que c'est un défaut de la dent, puisque c'est une image vibratoire commune à plusieurs défauts (même stationnaire). Donc il faut pousser le diagnostic avec le cepstre ou l'enveloppe.

Les figures 15 et 16 donnent respectivement l'enveloppe et le cepstre avec lequel il est difficile de statuer sur l'existence des défauts. La figure 17 montre les coefficients d'ondelettes en 3D, mais la distinction des échelles qui



Figure 14. Basses fréquences



Figure 16. Cepstre du signal à 3000 tr/min



Figure 18. Kurtosis des coefficients de la CWT

concernent les fréquences de résonances s'avère aussi très difficile. Pour une plage des échelles allant de 1 à 20, les coefficients d'ondelettes sont calculés tout d'abord avec un pas de 1, leur Kurtosis est donné dans la figure 18; sa plus grande valeur se situe à l'échelle 2. Le spectre d'enveloppe des coefficients à cette échelle permet d'avoir une raie à la fréquence 50 Hz due au choc du défaut se trouvant sur le pignon d'entrée (Fig. 19). Dans ce cas, il n'est pas possible de prédire l'existence d'un autre défaut de même nature; autrement dit, c'est difficile de remarquer l'échelle de l'autre défaut vu la faible amplitude du Kurtosis au niveau des autres échelles.



Figure 19. Spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 2



Figure 20. Kurtosis des coefficients (*pas=0.1*)



Figure 21. Spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 4,7

Dans la figure 20, il est remarqué l'existence de 3 bosses (1, 2 et 3) situées respectivement entre les échelles 1,5-3,5; 4-6 et 15,5-16,5. La première concerne évidement le défaut détecté déjà avec le pas 1, pour la deuxième et la troisième, il suffit de prélever les coefficients qui se trouvent à l'échelle qui a la plus grande amplitude afin de voir l'information qu'ils véhiculent.

Pour la deuxième, l'échelle exacte est 4,7 ; le spectre de ses coefficients (Fig. 21) montre clairement un peigne de raies dont la fréquence fondamentale est 10 Hz correspondant à la fréquence de coïncidence. Dans cette figure, il y a aussi l'émergence de la composante à 50 Hz, relative au défaut sur le pignon d'entrée; cela peut s'expliquer par le fait que les 2 défauts ont excité la même résonance ou peut être des résonances proches. Pour la troisième bosse, son spectre est peu lisible, ceci est dû, peut être, à la réponse de la résonance excitée qui n'a pas eu le temps de s'amortir.

3.2 Etude de cas N° 2

Pour un signal de 2700 tr/min (Fig. 22) $f_c=9$ Hz, le **Kurtosis** de avec ses coefficients d'ondelettes (pas=0,1) est donné dans la figure 23. La plus grande valeur se situe à l'échelle 2 et le spectre d'enveloppe des coefficients à cette échelle montre une composante à 45 Hz avec son deuxième harmonique; ce qui met en évidence le défaut qui se trouve au niveau du pignon d'entrée (Fig. 24).



Figure 22. Signal à 2700 tr/min



Figure 24. Spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 1,9

Pour les coefficients qui se trouvent au niveau de la bosse 3, leur amplitude est faible devant celles des bosses 1 et 2. L'échelle au milieu est 16, le spectre d'enveloppe des coefficients à cette échelle est donné dans la figure 25 où la présence d'un peigne de raies dont la fréquence fondamentale est égale à 9 Hz



Figure 23. Kurtosis des coefficients (*pas*=0,1)



Figure 25. Spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 16

est constatée, mettant ainsi la présence d'un défaut sur chaque pignon. La figure 26 montre le spectre des coefficients qui se trouvent à l'échelle 4,9 ; c'est-à-dire au niveau de la bosse 2, avec la présence des images vibratoires des deux défauts. Ceci est dû au fait que ces derniers ont excité la même résonance.



Figure 26. Spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 4,9

3.3 Etude de cas N° 3

Dans ce troisième cas (Fig. 27), le but est de voir laquelle des fréquences de résonances qui donne une meilleure information sur le défaut, autrement dit, laquelle des bosses de redondances faudrait-il choisir, évidement en fonction de sa forme. Pour cela, un exemple dans lequel un défaut a excité trois résonances est choisi.



Figure 27. Signal à 2400 tr/min

La figure 28 montre le Kurtosis d'un signal à 2400 tr/min ($f_c=8$) avec 3 bosses (1, 2 et 3) ; la première, sa forme n'est pas bien équilibrée par rapport aux deux autres, la deuxième est étroite mais de grande amplitude et la troisième est large mais de faible amplitude. Les figures 29, 30 et 31 donnent respectivement les spectres d'enveloppe des coefficients des bosses 1,2 et 3. Le spectre de la figure 29 donne un peigne de raies à la fréquence du défaut mais leur amplitude est très faible.



Figure 29. Spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 1,1

Pour retrouver la fréquence de résonance excitée par le défaut, il suffit de calculer le spectre des coefficients au niveau des échelles correspondantes. Les figures 32, 33 et 34 montrent respectivement les spectres au niveau des



Figure 28. *Kurtosis des coefficients* (*pas*=0,1)

Par contre dans la figure 30, l'amplitude des raies est beaucoup plus supérieure que celle de la figure 29. La bosse 3, la plus large, donne un spectre avec une seule raie (8 Hz) de grande amplitude par rapport aux deux autres. De ce fait, les bosses 2 et 3 donnent un meilleur résultat puisque l'amplitude des raies de leur spectre est nettement supérieure, ce qui évite le risque de se noyer dans le bruit ou dans de composantes parasites.



Figure 30. Spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 4,1

échelles 1,1 ; 4,1 et 10,5.

La figure 32 confirme la remarque faite sur la bosse 1 que la fréquence de résonance excitée n'est pas bien définie comme dans le cas des figures 33 et 34.



Figure 31. Spectre d'enveloppe des coefficients à l'échelle 10,5



Figure 33. Spectre des coefficients à l'échelle 4,1

Ceci est justifié par le fait que la plage fréquentielle du signal est limitée à 2500 Hz, qui correspond à l'échelle 1,6. De ce fait, toutes les échelles inférieures à celleci (de 0,1 à 1,5), représentent des fréquences qui ne se trouvent pas dans le signal. Par exemple, la fréquence de l'échelle 1,1 est égale à 3781 Hz. Cependant, comme les ondelettes engendrées sont très voisines, ceci a permis d'obtenir un peigne de raies à la fréquence de défaut (Fig. 29), mais de faible amplitude puisque les fréquences de résonances qu'elles représentent, n'existent pas dans le signal.

4. CONCLUSIONS

Le diagnostic de défauts de type choc est une opération très délicate surtout dans le cas de la combinaison de deux ou de plusieurs défauts. Dans ce travail, le Kurtosis a été associé à la transformée continue en ondelettes pour pouvoir détecter deux défauts combinés d'engrenages.



Figure 32. Spectre des coefficients à l'échelle 1,1



Figure 34. Spectre des coefficients à l'échelle 10,5

Le faible pas de discrétisation permet d'analyser le signal avec un nombre important d'ondelettes d'allures très voisines ce qui va engendrer une redondance autour de l'échelle de la fréquence de résonance. Pour pouvoir détecter cette résonance et remonter au défaut qui l'a excité, le Kurtosis est calculé pour les vecteurs d'échelles, ce qui permet de repérer cette redondance.

Cette méthode présente deux avantages, le premier réside dans la simplicité de la recherche des fréquences des résonances qui sont facilement détectables par les redondances, le deuxième, c'est que même les fréquences de résonances les plus basses sont aussi détectées. Ceci évite de générer des signaux temporels avec une fréquence d'échantillonnage importante pour privilégier les hautes fréquences afin de les repérer. A partir de ce dernier point, il est intéressant d'appliquer cette approche pour des défauts de roulements qui excitent des résonances de très hautes fréquences.

Références

[1] K. Belaid et A. Miloudi, Utilisation de la transformée en ondelettes dans la détection des défauts combinés de Machines Tournantes, 3^{ème} Congrès International Conception et Modélisation des Systèmes Mécaniques, 16-18 Mars 2009, Hammamet, Tunisie.

[2] J. Morel, Vibrations des Machines et Diagnostic de leur Etat Mécanique, Eyrolles, 1992.

[3] D. Ho et R.B. Randall, *Optimisation of bearing diagnostic techniques using simulated and actual bearing fault signals*, Mechanical Systems and Signal Processing, Vol. 14, Issue 5, 2000, p.763-788.

[4] C. Pachaud, *Détection des défauts localisées par analyse des résonances hautes fréquences*, VII^e colloque international d'acoustique, vibrations, chocs, GAMI, Lyon, France, 1988.

[5] N.G. Nikolaou et I.A. Antoniadis, Demodulation of Vibration Signals Generated by Defects in Rolling Element Bearings using Complex Shifted Morlet Wavelet, Mechanical Systems and Signal Processing, Elsevier Science, Vol. 16, Issue 4, 2002, p.677–694.

[6] J. Lin et M.J. Zuo, *Gearbox fault diagnosis using adaptive wavelet filter*, Mechanical Systems and Signal Processing, Vol. 17, Issue 6, 2003, p.1259-1269.

[7] A. Djebala, N. Ouelaa et N. Hamzaoui, Detection of rolling bearing defects using discrete wavelet analysis, Journal Meccanica, 2008. [8] K. Belaid et A. Miloudi, *Early detection of gear defects by wavelets transform*, 4th International Conference on Advances in Mechanical Engineering and Mechanics, 16-18 December 2008, Sousse, Tunisia.

[9] Y. Meyer, S. Jaffard et O. Rioul, *L'analyse par ondelettes*, Collection pour la Science, Septembre 1987.

[10] F. Truchetet, *Ondelettes pour le signal numérique*, Ed. Hermès, Paris, 1998.

[11] G. Zwingelstein, *Diagnostic des défaillances, théorie et pratique pour les systèmes industriels,* Edition Hermes, 1995.

[12] P-Y. Arques, N. Thirion-Moreau et E. Moreau, *Les Représentation Temps-Fréquence en Traitement du Signal*, Techniques de l'Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, R 308, Edition 2000, Paris, France.

[13] Matlab[®], *Wavelet toolbox user's guide*, Edition 2008.

[14] J. Lin et L. Qu, Feature Extraction Based on Morlet Wavelet and its **Application** for Mechanical Fault Dignostic, Journal of Sound and Vibration, Vol. 234, Issue 1, 2000, p.135-148.

[15] A. Boulenger, C. Pachaud, Aidemémoire, Surveillance des machines par analyse des vibrations, Ed. Dunod, 2009.

[16] A. Boulenger, C. Pachaud, *Diagnostic vibratoire en maintenance préventive*, Ed. Dunod, 1998.

Traitement d'un problème de type FJSP (Flexible Job Shop scheduling problem) à l'aide d'algorithme génétique

Zahia Khaldouna et Messaoud Djeghaba

Laboratoire d'automatique et de signaux d'Annaba (LASA), Université Badji Mokhtar, BP12, Annaba, Algérie.

Accepté le 28/07/2010

ملخص

في هذه الورقة، درسنا المشكلة الأمثل في التصنيع الخلايا المرنة، والتي تعتبر عملية معقدة جدا. فمن بين العديد من التقنيات والأساليب المستخدمة لدراسة هذا النوع من المشاكل، هناك البحوث الميدانية والاستدلال وغيرها من الفوقية وهناك الاستدلال القائم على الذكاء الاصطناعي (الشبكة العصبية، خوارزميات التطورية، المنطق الضبابي، من المحرمات، وما إلى ذلك)، ففي حالتنا اخترنا نهج يقوم على الخوارزمية الجينية، ومن ثم مقارنتها معارية مع النبي من المرحمة المرحمة المرحمة المودنية والاستدلال وغيرها من الفوقية وهناك الاستدلال القائم على الذكاء الاصطناعي (الشبكة العصبية، خوارزميات التطورية، المنطق الضبابي، من المحرمات، وما إلى ذلك)، ففي حالتنا اخترنا نهج يقوم على الخوارزمية الجينية، ومن ثم مقارنتها مع التي وضعت في [2]، والذي يستخدم نفس الأداة ولكن يكمن الفرق بين الطريقتين في اختيار وظائف التقييم للأفراد والعمليات الوراثية. والتحقق من صحة النتائج، استخدمنا نفس قاعدة البيانات التي استخدمت في [2]، والذي يستخدم نفس الأداة ولكن يكمن الفرق بين الطريقتين في اختيار وظائف التقييم للأفراد والعمليات الوراثية. والتحقق من صحة النتائج، الممثلة العمين المرائمية الحصبية في اختيار وظائف التقيم على معاني وضعت في والتحق من صحة النتائج، استخدمنا نفس قاعدة البيانات التي استخدمت في إذات القال التقييم للأفراد والعمليات الوراثية. والتحقق من صحة النتائج، استخدمنا نفس قاعدة البيانات التي استخدمت في أومن ثم وبالمقارنة بين الطريقتين والتحق من صحة النتائج، استخدمنا نفس قاعدة البيانات التي استخدمت في [

الكلمات المفتاحية: خلية التصنيع المربة؛ جدولة؛ السلوك؛ الفوقية الاستدلال؛ الخوار زمية الجينية ب

Résumé

Dans cet article, nous avons étudié le problème d'optimisation d'une cellule de production flexible de type FJSP (flexible job-shop scheduling problem), dont le contrôle est très complexe. Parmi les multiples techniques et méthodes utilisées pour l'étude de ce type de problème, il y a celles qui relèvent de la recherche opérationnelle, et d'autres d'heuristiques et méta-heuristiques basées sur l'intelligence artificielle (réseau de neurones, algorithmes évolutionnaires, logique floue, tabou, etc.). Dans notre cas, nous avons opté pour une approche basée sur l'algorithme génétique, pour ensuite pouvoir la comparer avec celle développée dans [2], qui utilise le même outil. La différence réside dans le choix des fonctions d'évaluation des individus, et les opérateurs génétiques. Afin de valider les résultats, nous avons exploité la même base de données que celle utilisée dans [2]. Cette comparaison entre les deux méthodes a fait ressortir des résultats sensiblement meilleurs pour l'approche soumise.

Mots clés : *Cellule de production flexible; Optimisation ; Contrôle ; Méta-heuristique, Algorithme génétique.*

Abstract

In this paper, we studied the optimization problem of a flexible manufacturing cell type FJSP (flexible job shop scheduling problem), whose control is very complex. Among the many techniques and methods used to study such problems, there are those within operational research, and other heuristics and meta-heuristics based on artificial intelligence (neural network algorithms evolutionary fuzzy logic, taboo, etc...)]. in our case, we opted for an approach based on genetic algorithm, and then to compare it with that developed in [2], which uses the same tool. The difference lies in the choice of evaluation functions of individuals and genetic operators. To validate the results, we used the same database as that used in [2]. The comparison between the two methods shows significantly better results for the subject approach.

Key words: Flexible manufacturing cell; Optimization; Control; Meta-heuristics; Genetic algorithm.

Auteur correspondant: zayakhaled@yahoo.fr (Zahia Khaldouna)

© Université Badji Mokhtar - Annaba (Algérie).

1. INTRODUCTION

La conduite d'une cellule de production flexible qui est composée de machines, de robots, de systèmes de transport, de magasin d'outils, offre beaucoup d'avantages en flexibilité, mais aussi plusieurs problèmes pose complexes, notamment l'affectation des tâches aux robots dans un environnement dynamique et aléatoire (distribution des pièces et matière première, défaillances des équipements, modification de la production, etc.), et la minimisation des temps de production globaux (Makespan: temps nécessaire pour compléter tous les travaux).

Le partage de ressource est une question des plus critiques dans la planification du système de production. Il dépend de l'environnement et des contraintes sur le processus. Dans le problème de type FJSP étudié, chaque tâche (gamme opératoire) est formée par une séquence d'opérations, et chaque opération nécessite une machine opérationnelle. La décision qui concerne le séquencement d'opérations sur la machine devra être optimisée afin d'améliorer la performance du système. Le traitement de toutes ces questions par méthodes exactes s'est avéré des inadapté, par rapport à la difficulté de modélisation des processus et surtout par l'exigence de décisions en temps réel. C'est pourquoi, les chercheurs se sont orientés vers des méthodes heuristiques et méta-heuristiques qui ne garantissent pas toujours des résultats optimaux, dans les situations, mais offrent le différentes plus souvent des résultats très acceptables, en tenant compte de la fonction objectif, et fournit un meilleur partage de ressource dans un temps raisonnable.

C'est dans ce cadre que cet article a été rédigé. Nous proposons, une méthode d'optimisation à l'aide d'algorithmes génétiques qui s'affirment peu à peu comme des techniques d'optimisation des plus robustes. Ces dernières peuvent être appliquées à des problèmes très divers car elles sont indépendantes du processus à optimiser et n'utilisent pas les dérivées. Un nouvel algorithme génétique (GA) appliqué au cas FJSP, utilisant de nouvelles stratégies, a été développé par F.Pezzella [2]. Il nous a donc paru utile de pouvoir confronter les deux approches, en traitant les mêmes données, et ainsi les situer l'une par rapport à l'autre à travers les résultats obtenus.

2. MÉTHODES DE RÉSOLUTION

Un très grand nombre de méthodes de résolution existent pour l'optimisation combinatoire et l'affectation sous contraintes. Ces méthodes font partie de deux groupes de nature différente. Le premier groupe comprend les méthodes exactes d'arborescence qui garantissent la complétude de la résolution : c'est le cas de SEP (séparation & évaluation progressive), A* et CSP (constraint satisfaction problems). Le temps de calcul nécessaire de telles méthodes, augmente en général exponentiellement avec la taille du problème à résoudre (dans le pire des cas). Le second groupe comprend les méthodes approchées, qui permet de trouver une solution de bonne qualité en un temps de calcul raisonnable sans garantir l'optimalité de la solution obtenue. Ces méthodes approchées sont fondées principalement sur diverses heuristiques, souvent spécifiques à un type de problème.

Les méta-heuristiques constituent une partie importante des méthodes approchées, et offrent des voies très intéressantes en matière de conception de méthodes heuristiques pour l'optimisation combinatoire. Parmi elles, les algorithmes génétiques.

3. PROBLÉMATIQUE

Soit un ensemble T de n tâches T = $\{T_1, T_2, ..., T_n\}$, chaque tâche T_i est définie par une séquence de k opérations, Ti = $\{O_{i1}, O_{i2}, ..., O_{ik}\}$. Soit M, l'ensemble des m machines sur lesquelles s'exécutent les opérations, M = $\{M_1, M_2, ..., M_m\}$. Chaque opération i_k n'est exécutée que sur une machine M_j à la fois. Le temps d'exécution de chaque opération est lié à la machine choisie, soit t_{ikj} , le temps de réalisation de l'opération k de la tâche T_i , sur la machine j.

Les opérations sont non préemptives. Les machines ne pouvant exécuter qu'une seule opération à la fois.

 $T = \{T_1, T_{2,...,} T_n\}$

$$T_i = \{O_{i1}, O_{i2}, \dots, O_{ik}\}$$

$$M = \{M_1, M_{2,...,} M_m\}$$

 t_{ikj} = temps de réalisation de O_k de T_i sur M_j .

 C_i = temps de réalisation de T_i .

Il s'agit alors d'affecter les opérations des tâches aux machines, et le séquencement des opérations sur chaque machine, de la façon la plus proche de l'optimale tout en respectant les contraintes structurelles (contraintes de précédences), dans le but de minimiser le temps de réalisation global (Makespan).

Le temps nécessaire pour effectuer toutes les tâches est définie par $M_k=max_i$ [C_i], avec C_i, le temps nécessaire pour effectuer la tâche T_i.

Ce problème est connu, sous l'appellation de FJSP (flexible job shop scheduling problem).

Le cas d'étude proposé par F.Pezzela, représente une cellule de production composée de machines, et de produit à réaliser. Les données sont organisées dans une table (table1), où les lignes correspondent aux opérations, les colonnes aux machines, et les entrées aux temps de traitement.

La population initiale est générée par l'approche par localisation de Kacem et al [5]. Cette approche consiste à trouver l'affectation initiale par réordonnancement des tâches et des machines, et par la recherche du minimum global de la table d'instance. Elle prend en compte le temps de traitement, et la charge de travail sur la machine. La somme du temps de traitement des opérations est affectée à chaque machine. La procédure consiste à chercher pour chaque opération, la machine qui la réalise avec le minimum de temps. Une fois ce choix fixé, On additionne ce temps à chaque entrée de la même colonne (mise à jour de la charge de travail de la machine), comme le montre la table 2.

Cette approche dépend de l'ordre dans lequel les opérations et les machines sont données dans la table. Pour séquencer les opérations générées par la population initiale, elles seront modifiées légèrement, de deux manières :

Régle1 : chercher le minimum global dans la table de traitement

Régle2 : permutation aléatoire des opérations et des machines dans la table.

Une fois les deux règles appliquées, il restera à déterminer le séquencement d'opérations sur la machine. Trois règles sont adoptées par F.Pezzella [2],

Règle 1: "The most work remaining (MWR)",

Règle 2: "The most number of operations remaining (MOR)"

Régle 3: "Randomly select job (Random)".

Il sera réalisable s'il respecte les contraintes de précédence des opérations d'une gamme (l'opération $O_{i,j+1}$ ne doit pas passer avant l'opération $O_{i,j}$).

	M_1	M_2	M ₃	M_4
O ₁₁	6	5	3	5
O ₁₂	3	7	4	4
O ₁₃	8	4	3	6
$\begin{array}{c} \mathbf{O}_{21} \\ \mathbf{O}_{22} \end{array}$	7	5	2	4
	2	4	7	2
${ \begin{matrix} {\rm O}_{31} \\ {\rm O}_{32} \\ {\rm O}_{33} \end{matrix} }$	2	5	1	3
	3	5	7	3
	9	7	2	2

Table 1. Temps de traitement

Table 2.Approche par	localisation (la
mise à jour de la charge	de travail de la
machine est en gras)	

	\mathbf{M}_{1}	M_2	M ₃	M_4	\mathbf{M}_{1}	M_2	M ₃	M ₄
$egin{array}{c} {O}_{11} \\ {O}_{12} \\ {O}_{13} \end{array}$	6 3 8	5 7 4	[3] 8 7	4 5 6	6 [3] 12	5 7 4	[3] 8 7	4 5 6
O ₂₁	7	5	6	4	11	5	6	4
O ₂₂	2	4	11	2	6	4	11	2
O ₃₁	2	5	5	3	6	5	5	3
O ₃₂	3	5	11	3	7	5	11	3
O ₃₃	9	7	6	2	13	7	6	2

4. L'ALGORITHME GÉNÉTIQUE (AG) POUR L'OPTIMISATION D'UN FJSP

4.1 Introduction

Les AGs ont été mise au point par Holland [4] puis développés par Goldberg [3]. C'est une technique inspirée de l'évolution d'un processus naturel, utilisée pour une optimisation globale divers problème de d'optimisation, dans le but d'obtenir une solution approchée dans un minimum de temps. Cette évolution s'effectue sur la base de transformation inspirée de la génétique, assurant de génération en génération, l'exploration de l'espace des solutions en direction des plus adaptées. Elle commence par des solutions choisies, appelées : La population, dont l'évolution biologique nous conduit à améliorer ses descendants. La population de solution est constituée d'un ensemble d'individus (solutions) ou chromosomes. Chacun d'eux contient un certain nombre de gènes, constitués sous forme de chaîne. Celle-ci code les fonctionnalités de l'organisme et représente un support de l'information génétique. A Chaque itération, appelée génération, il est crée une nouvelle population.

La création d'une nouvelle population à partir de la précédente se fait par l'application d'opérateurs génétiques qui sont : la sélection, le croisement et la mutation.

Le cas étudié dans cet article, s'appuie sur une base de données tirée de [2]. Cet auteur utilise une population initiale générée par la procédure de recherche du minimum global dans une table définissant les affectations des tâches aux machines mentionnée à l'étape 3.

Dans notre cas, le choix de la population initiale est déterminé de la même manière, mais le choix des règles pour la sélection et la reproduction de nouveaux individus sont, beaucoup plus déterministes afin de s'éloigner de l'aspect aléatoire.

Ces différentes opérations sont explicitées dans ce qui suit :

4.1.1 Codage

Il utilise le partage symbolique par chaîne. Celle-ci est formée par le triplet (i, j, k) pour chaque opération.

i : gamme opératoire

j : numéro de l'opération sur la gamme i

k : la machine assignée à l'opération j

Ou $(O_{i,j}, M_k)$ est donnée par la chaîne (i, j, k)

Les gènes du chromosome décrivent les opérations sur les machines, et l'ordre d'apparition dans le chromosome décrit les séquences d'opérations. Chaque chromosome représente une solution du problème. Dans notre étude on a utilisé le codage réel [6], [1] représenté par une chaîne de paramètres $O_{i,j,k}$, ou chaque paramètre est une valeur réelle qui représente le temps opératoire.

4.1.2 Fonction d'évaluation

La fonction d'évaluation du chromosome coïncide avec le MAKESPAN de la solution représentée par le chromosome.

Il s'agit d'évaluer la solution au cours de la recherche, et de décider des solutions qui seront retenues de celles qui seront rejetées.

L'évaluation générique préfère le chromosome avec une valeur de MAKESPAN minimale.

La différence d'application des opérateurs génétiques des deux stratégies est illustrée ci-dessous :

4.1.3 Sélection

Pour la 1^{ére} stratégie :

La phase de sélection à pour but de choisir les chromosomes pour la reproduction, selon les trois méthodes de sélection suivante :

<u>Binary tournament:</u> deux individus sont sélectionnés aléatoirement parmi la population, le meilleur d'entre eux est sélectionné pour la reproduction

<u>N-size tournament:</u> les individus de la reproduction sont choisis parmi un nombre aléatoire d'individus

<u>Linear ranking</u>: les individus sont triés selon leur fonction d'évaluation, un rang $r_i \in \{1..N\}$ est assigné à chacun, avec N: taille de la population, le meilleur individu prend le rang N, tandis que le mauvais prend le rang 1. $p_i=2.r_i/N.(N+1)$. C'est la probabilité de choisir l'ième individu.

Pour la 2^{éme} stratégie (Approche proposée):

Nous avons choisi la sélection par décimation [7]. Les meilleurs individus de la population (les plus adaptés) sont sélectionnés et autorisés à se reproduire. Les individus dont le MAKESPAN est élevé seront éliminés.

4.1.4 Génération de survie

Pour la 1^{ére} stratégie :

La nouvelle génération est obtenue par changement le d'affectation des opérations aux machines (croisement, mutation, mutation intelligente) et par le changement séquencement de des opérations (Precedence preseving orderbased crossover POX and Precedence preseving shift mutation PPS). Ces règles préservent la flexibilité des nouveaux individus. Ces derniers sont générés jusqu'à ce qu'un nombre maximum d'individus soit fixé, enrichi, et forme la génération suivante à chaque étape de l'algorithme.

Pour la 2éme stratégie :

La nouvelle génération est obtenue par le croisement arithmétique, où deux individus parents produisent qu'un seul enfant à la fois (similaire à l'opération de multiplication),

4.1.5 Critère d'arrêt

L'algorithme s'arrête lorsque le nombre maximum de génération est satisfait et le meilleur individu avec le partage correspondant (c'est-à-dire la ressource partagée qu'il exploite, et qui est indiquée par l'information génétique portée par les gènes de cet individu) est donné et fourni, sinon l'algorithme répète les séquences de 3.

4.2 Description détaillée

4.2.1 Population initiale

Cette approche prend en compte les délais de traitement, le travail chargé par la machine, et la somme des temps de traitement des opérations attribuées à chaque machine. La procédure consiste à trouver, pour chaque opération, la machine avec le minimum de temps de traitement, la fixation de cette affectation, puis d'ajouter ce temps à chaque séquence d'entrée de la même colonne. Comme cette approche est strictement dépendante de l'ordre dans lequel les opérations et les machines sont données dans la table, on opère selon la règle suivante :

On cherche le minimum global dans la table des temps. On débute par l'opération qui correspond au minimum global de la table. Par conséquent, le temps du travail chargé par la machine est ajouté pour toute autre opération, pour toute autre entrée de la même colonne. Notre population initiale est formée de cinquante individus.

4.2.2 Codage

Dans l'ordre d'implantation de l'AG, on a besoin de représenter le partage symbolique formé par le triplet (i, k, j) pour chaque opération, où :

i : est le numéro de la tâche de cette opération

k : nombre progressif de cette opération dans la tâche i

j : machine affectée à cette opération.

Le codage réel est représenté par une chaîne de paramètres $O_{i,j,k}$, où chaque paramètre est une valeur réelle qui représente le temps opératoire.

4.2.3 Fonction d'évaluation (fitness)

Nous définissons respectivement t_{ikj} , att_j et F_{ij} , comme, la durée opératoire de l'opération k de la tâche i sur la machine j, la durée d'attente de disponibilité de la machine j pour effectuer l'opération k et la date de fin de chaque opération O_{ij} où F_{ij} est donné par l'expression : $F_{ij} = att_j + t_{ikj}$;

Le makespan est le maximum des dates de fin des dernières opérations pour chaque tâche: $C_{max} = Max \{C_i\}$ avec C_i est le temps de réalisation de T_i défini par $C_i = \sum_i F_{ij}$

4.2.4 Sélection

Notre algorithme débute par une population initiale de N individus (N = 2 \times V). La méthode utilisée est la sélection déterministe. Elle consiste à associer à chaque chromosome i de la population, une fonction C_i qui représente la fonction objectif pour l'individu i (proportionnelle à sa performance d'adaptation). Ainsi, les individus seront triés par ordre performance décroissant selon leur d'adaptation. En s'appuyant sur le principe de la sélection déterministe, les individus mieux adaptés les correspondant à la moitié supérieure, sont sélectionnés.

(N/2 = V individus si N (population))est un nombre paire, et N / 2 + 1 = Vindividus si N est impaire). Les reste des individus seront élimines. Cela permet d'accoupler les meilleurs individus et améliore globalement l'adaptation.

Phase de reproduction :

Le séquencement des opérations est préservé lors de la reproduction. Il doit respecter les contraintes de précédence entre les opérations de même gamme.

4.2.5 Croisement

Un croisement heuristique a été utilisé. Cette opération est particulière pour les trois raisons suivantes :

- elle utilise les valeurs de la fonction objectif,

- elle produit un seul enfant,

- elle peut aussi ne pas produire d'enfant,

Cet opérateur génère un enfant x_3 à partir du produit arithmétique de ces deux parents x_1 et $x_{2,}$ ($x_3 = x_1$. $x_{2)}$, sous le respect des contraintes de précédence des opérations d'une même tâche. L'enfant généré $x_{3,}$ acquiert une performance meilleure que ses parents x_1 et x_2 .

Le croisement se fait entre les taches en question sur la même ressource et les

ressources à partager, pour produire les opérations futures sur ses ressources

4.2.6 Mutation

L'opérateur de mutation évite d'établir des populations uniformes incapables d'évoluer. Elle a un rôle secondaire par rapport à la recombinaison (croisement), qui est à la base des algorithmes génétiques. L'algorithme proposé, utilise mutation réelle. il permute la l'emplacement des opérations de deux différentes Ainsi si tâches un chromosome est choisi pour la mutation, avec une probabilité p_{m.} nous déterminons pour chaque machine j les chromosomes correspondant aux temps Max $\{C_i\}$ et Min $\{C_i\}$. Et dans une seconde phase, nous échangeons les emplacements des opérations de ces deux chromosomes sur la machine en respectant la gamme opératoire.

4.2.7 Sélection des survivants

Cette étape consiste à ne garder que les solutions les plus intéressantes. Il y aura donc autant de "morts" que de choisit de garder nouveau-nés. On seulement les enfants. Cela assure la diversité et l'évolution de la population. Nous avons utilisé. la méthode d'insertion par triage, qui consiste à ressortir le meilleur chromosome de la nouvelle population. A cet individu est alloué la ressource.

4.2.8 Critère d'arrêt

Afin d'éviter que les meilleurs chromosomes ne soient perdus après les opérations de croisement et de mutation, on se limite au nombre de générations g (g = 1), composée seulement d'enfants. Cela permet d'éviter d'exécuter des simulations inutilement puisque l'optimum global est déjà trouvé.

5. RESULTATS

Dans la table 3, la 1ère colonne représente le nombre de cycles à atteindre NC, la deuxième colonne (MakespanAG) représente la Makespan obtenu par la mise en œuvre de l'algorithme de [F. Pezzella]. On le compare avec la $(M_{akespan}AC)$ troisième colonne qui représente la Makespan obtenus par notre approche, exploitant la même base de données de l'algorithme [F. Pezzella]. La quatrième colonne représente l'écart obtenu entre les deux méthodes (EcartM) défini par:

$$\begin{split} & E_{cart} = & (M_{akespan}AC - \\ & M_{akespan}AG) / M_{akespan}AG^* 100\%. \end{split}$$

Dans la table 4 la deuxième colonne (N_pAG) et la troisième colonne (N_pAC) représentent respectivement le nombre de produits fabriqués par l'algorithme de [2], et le nombre de produits fabriqués par notre algorithme. La quatrième colonne indique la comparaison des deux méthodes, et définit l'écart du nombre de produits (E_{cart}N), exprimée par :

$$E_{cart}N = (N_pAC - N_pAG) / N_pAG *100\%.$$

Table 3

NC	M akespanAG	M _{akespan} AC	E _{cart} M%
1	6	5	-20
25	236	224	-5.35
50	455	434	-4.83
75	661	648	-2.00
100	871	861	-1.16
125	1078	1068	-0.93
150	1295	1286	-0.69
175	1497	1496	-0.06
200	1724	1704	-1.17

Table 4

NC	N _p AG	N _p AC	E _{cart} N
	-	-	%
1	2	2	+1.03
25	194	196	+0.51
50	387	389	+2.84
75	566	581	+2.65
100	746	772	+3.48
125	925	963	+4.10
150	1109	1155	+4.14
175	1300	1346	+3.53
200	1494	1535	+2.74

Il s'ensuit des résultats présentés dans les deux tableaux, que pour les cas étudiés et comparés à l'approche [2], la notre indique une amélioration significative des résultats, à la fois sur l'ensemble du temps total de réalisation (Makespan) et sur le nombre de produits réalisé.

6. CONCLUSION

Il est clair que les techniques s'appuyant sur les algorithmes génétiques peuvent être un outil très intéressant dans la prise en charge des problématiques liées aux cellules de production flexible. Nous avons essayé, dans ce travail de comparer notre approche avec celle proposée par d'autres auteurs, pour traiter un problème de type FJSP (flexible job shop scheduling problem), avec les mêmes données.

Le résultat obtenu montre une amélioration sensible des résultats obtenus par l'autre approche. Ce résultat pourrait être encore amélioré, par l'exploration d'autres voies sur le choix des fonctions d'évaluation des individus par exemple, ou par l'utilisation d'une combinaison de différents critères de sélection pour choisir les meilleurs individus d'une génération. Il serait aussi judicieux d'exploiter l'hybridation dans les méthodes de résolution qui peut ouvrir une voie intéressante à la résolution de ce problème.

Références

[1] J.M. Alliot et T. Schiex, *Intelligent Artificielle & Informatique théorique*, Cepadués- Editions, Toulouse, 1994, p. 441-460.

[2] F. Pezzella, G. Morganti, G. Ciaschetti, *A genetic algorithm for the flexible job-shop scheduling problem*, Science Direct, Computers & Operations Research, Vol. 35, 2008, p. 3202-3212.

[3] D.E. Goldberg, *Genetic Algorithm in Search, Optimisation and Machine Learning*, Addison Wesley, 1989.

[4] J.H. Holland, *Adaptation in natural and artificial systems*, University of Machington Press, Ann Arbor, 1975.

[5] K.I. Hammadi et S.P. Borne, Approach by localization and multiobjective evolutionary optimization for flexible job-shop scheduling problems, IEEE Transactions on systems, Man, and Cybernetics, Part C, Vol. 32, Issue 1, 2002, p. 1-13.

[6] Z. Michalewicz, *Genetic Algorithms* + *Data Structure* = *Evolution Programs*, Springer-Verlag, 1994.

[7] Y. Rahmat-Sami et E. Michielssen, *Electromagnetic Optimisation by Genetic Algorithm*, John Wiley & Sons, 1999.

Elaboration de poudre de fer par réduction de la calamine avec du monoxyde de carbone

Omar Benchiheub¹, Said Méchachti¹, Salim Serrai¹, Mohamed Gamel Khalifa², Mohamed Hocine Shalabi²

> ¹⁾ Laboratoire de Fonderie, Département de métallurgie et génie des matériaux, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algerie.
> ²⁾ Tabbin Institute for Metallurgical Studies, TIMS, 109 Helwan, 11421 Cairo, Egypte.

Accepté le 28/07/2010

ملخص هذا العمل يتضمن دراسة الشروط الملائمة لاختزال قشور الدرفلة، الناتجة على سطح الصلب أثناء تسخينه، بواسطة غاز اختزال (أول أكسيد الكربون) لأجل إنتاج مسحوق الحديد الذي له الخصائص المطلوبة في تعدين المساحيق. عملية الاختزال جرت عند درجات حرارة مختلفة (750-1050 درجة مئوية) خلال فترات من الزمن تتراوح ما بين 40 إلى 180 دقيقة في جو من CO نقي. تم تحليل مسحوق الحديد المنتج بواسطة التحليل الكيميائي، الأشعة السينية، الفحص ألمجهري و المجهر الإلكتروني بالمسح (MEB). كل هذه الطرق المستعملة أكدت وجود الحديد، الغرافيت و كبريد الحديد (Fe₃C) كنواتج التفاعلات. إن محتوى الحد الأقصى من الحديد الإجمالي في مسحوق الحديد وصل إلى 98,40 مند الغرافيت و كبريد الحديد (Fe₃C) كنواتج التفاعلات. إن محتوى الحد الأقصى من الحديد الإجمالي في مسحوق الحديد وصل إلى 98,40 مند الغربي العديد عملية تند ما 100 درجة و 180 دقيقة. في الأخير تم إجراء على مسحوق الحديد الحير التي بالهيدروجين و الذي سمح بتخفيض نسبة الكربون و الأكسجين في المسحوق إلى قيم مقبولة.

الكلمات المفتاحية: رسكلة؛ قشور الدرفلة؛ اختزال؛ أكسيد الكربون؛مسحوق الحديد.

Résumé

Le présent travail se rapporte à l'étude des conditions de réduction de la calamine, co-produit sidérurgique formé au cours du laminage à chaud des aciers, par un gaz réducteur afin d'élaborer une poudre de fer ayant les caractéristiques exigées par la métallurgie de poudres. L'opération de réduction a été menée à différentes températures (750-1050°C) pendant des temps variant entre 40 et 180 mn dans une atmosphère de CO pur. La poudre de fer produite a été caractérisée par analyse chimique, diffraction des rayons X, microscopie optique et microscopie électronique à balayage. Ces méthodes d'investigation confirment la présence du fer, graphite et carbure de fer (Fe₃C) comme produits de réactions. La teneur maximale en fer total atteinte dans les poudres de fer (98.40 %) est obtenue par réduction de la calamine à 1050°C pendant 180 mn. Un recuit réducteur sous hydrogène permet de diminuer les teneurs en carbone et oxygène de poudres de fer réduites jusqu'à des valeurs admissibles.

Mots-clés: recyclage ; calamine ; réduction ; monoxyde de carbone ; poudre de fer.

Abstract

This work refers to the study conditions of mill scale reduction, by-product iron and steel formed during the hot rolling of steels, with a reducing gas (carbon monoxide) in order to produce iron powder having characteristics required by powder metallurgy. The operation of reduction was led to various temperatures (750-1050°C) during variable times between 40 and 180 min in an atmosphere of pure CO. The iron powder produced is characterized by chemical analysis, x-rays diffraction, optical microscopy and scanning electron microscopy. These methods of investigation confirm the presence of iron, graphite and carbide of iron (Fe₃C) as the products of reactions. The maximum iron content (98.40% Fe) in the iron powder was obtained by reduction of mill scale at 1050°C for 180 min. A reduction annealing under hydrogen makes it possible to decrease carbon and oxygen content of the reduced iron powder up to acceptable values.

Keywords: recycling; mill scale; reduction; carbon monoxide; iron powder.

1. INTRODUCTION

Les co-produits sidérurgiques, tels que poussières et calamines, très riches en fer (~ 72% Fe), sont produits actuellement en grande quantité et représentent un potentiel de presque 5 Mt dans le monde [1]. Généralement ces co-produits sont recyclés par les procédés métallurgiques tels que le haut fourneau ou réacteur de réduction directe qui utilise du charbon comme agent réducteur pour produire des préréduits sous forme de pellets destinés à

Auteur correspondant: omarbenchiheub @yahoo.fr (Omar Benchiheub)

la refusion dans une aciérie électrique. L'objectif est de recycler en sous produits les poussières d'aciéries et d'autres déchets métalliques riches en fer. En dehors de la sidérurgie, le recyclage d'une partie de ces co-produits est déjà pris en charge par la métallurgie des poudres où la valorisation économique est la plus favorable.

Au cours des vingt dernières années la métallurgie de poudres a présenté une expansion continue sous tous ses aspects dans toutes ses applications et à l'industrie. La métallurgie de poudres regroupe un ensemble de procédés de mise en forme ayant pour dénominateur commun une matière première sous forme pulvérulente. La poudre de fer réduite est la matière de base la plus utilisée dans l'industrie de la métallurgie de poudres. Le processus de réduction direct est communément utilisé plusieurs par compagnies (tels que Höganäs en Suède, Kawasaki au Japon et Pyron aux USA) pour obtenir le fer métallique en poudre.

La compagnie Höganäs utilise le minerai magnétite (titrant 71.5% Fe) et un mélange pulvérulent de coke et de calcaire. La réduction est assurée par le gaz CO à 1250°C [2].

Le procédé Kawazaki iron powder utilise la calamine comme matière première et aussi CO comme gaz réducteur pour élaborer des poudres de fer [3]. Un autre procédé plus connu qui fabrique les poudres de fer à partir de la calamine et utilisant l'hydrogène comme réducteur est le procédé Pyron. La calamine subit d'abord une opération d'oxydation à 980°C pour faire passer les oxydes à Fe₂O₃. Cette opération est dite critique par la compagnie Pyron pour la qualité des produits réduits [4].

Les trois procédés utilisent le même principe pour la production des poudres de fer par réaction d'oxydes de fer (calamine, minerai magnétite ou hématite) et gaz réducteurs (CO/H₂) sous haute températures (> 1000°C). La réduction des oxydes de fer a fait l'objet d'une somme considérable de travaux de recherche [5-9]. Les essais ont été réalisés en utilisant comme agents de réduction le carbone solide et les gaz réducteurs (CO et/ou H_2).

Lorsque la réduction est faite par le carbone solide ou le gaz CO le processus final de réduction s'écrit toujours :

$$Fe_nO_m + mCO_{(g)} \rightarrow nFe + mCO_{2(g)}$$
 (1)

Le CO nécessaire étant fourni directement ou par la réaction de Boudouard :

$$nC_{(s)} + mCO_{2(g)} \rightarrow 2mCO_{(g)}$$
(2)

La réaction de Boudouard, en régénérant le gaz réducteur CO, permet de garder le rapport P_{CO}/P_{CO_2} toujours élevé et par conséquent le processus de réduction suivant la réaction (1) sera constamment maintenu.

Dans le cas où la réduction se produit par circulation de gaz sur ou à travers un lit de particules d'oxydes de fer (fixe ou mobile) le gaz CO₂ formé par la réaction (1) sera entraîné par le courant gazeux, ce qui permet d'atteindre la réaction quasicomplète d'un lit de particules d'oxydes [10]. Cependant et en plus des étapes de réduction jusqu'au fer métallique (Fe), la désinté-gration du monoxyde de carbone par la réaction inverse de Boudouard (2) et la carburation du fer peuvent se produire simultanément. L'analyse thermodyna-mique indique que dans les conditions de basses températures (moins que 900 °C), de concentrations élevées de CO et en présence du fer métallique, qui joue le rôle de catalyseur, la déposition du carbone pourra avoir lieu [11]. La figure 1 montre la zone de déposition du carbone et les équilibres entre le fer, ses oxydes et la réaction de Boudouard. L'augmentation de la température et de la concentration de CO conduit à une meilleure réduction des particules d'oxydes sans carburation du fer.



Figure 1. Equilibres du fer, de ses oxydes et de la réaction de Boudouard [11]

D'autres paramètres peuvent influer énormément sur la cinétique de réduction des oxydes de fer. La vitesse de réduction des oxydes de fer dépend de plusieurs facteurs qui peuvent varier d'un processus à un autre, en particulier la granulométrie, la porosité et la surface spécifique, la minéralogie (Fe₂O₃ et Fe₃O₄ ne sont pas réduits de la même façon), la pression, le débit du gaz, les constituants de la gangue ; tels que la silice, l'alumine et les peuvent silicates qui modifier les équilibres [12]. Le but de ce travail est d'étudier :

(1) les conditions optimales de réduction de la calamine permettant d'obtenir une poudre de fer de pureté acceptable pour être utilisée dans l'industrie de la métallurgie des poudres.

(2) le phénomène de déposition du carbone lors de la réduction des oxydes de fer par CO pur.

2. PARTIE EXPERIMENTALE

2.1 Matériaux utilisés

La calamine récupérée du laminoir à chaud, rigoureusement sélectionnée, subit broyage et une classification un particules granulométrique. Les de calamine de chaque classe granulométrique, utilisées dans cette étude, sont chauffées jusqu'à 400°C pour dégager l'humidité et les huiles. L'analyse chimique de la calamine est donnée dans le Tableau 1. L'analyse par diffraction de rayons-X (Fig. 1) a permis de mettre en évidence la présence de phases hématite (Fe₂O₃), magnétite (Fe₃O₄) et wustite (FeO). La calamine est oxydée à 1000°C pour faire passer au maximum les oxydes inférieurs en Fe₂O₃.

Tableau 1. Composition chimique en % en poids de la calamine.



Figure 2. Diagramme DRX d'échantillon de calamine. 1- Fe₂O₃, 2- Fe₃O₄, 3- FeO

2.2 Procédure de réduction

Les essais de réduction ont été réalisés au centre de recherche appliquée en et métallurgie (URASM), sidérurgie Annaba. L'appareil de réduction ainsi que la méthode suivie pour réaliser ces essais plusieurs travaux sont décrits dans [13,14]. Dans cette méthode (Fig. 3), où la réduction se fait en lit fixe, l'échantillon est placé dans une cuve de réduction verticale qui est introduite dans un four électrique maintenu à une température fixée qui peut aller jusqu'à 1600°C. Tant que l'échantillon n'a pas atteint la température d'essai, on le maintient sous azote pour éviter toute oxydation. Lorsque la température s'est stabilisée, on fait passer un débit déterminé de gaz réducteur pendant un temps fixé. Des essais

préliminaires ont été réalisés à 1000°C pour fixer le débit optimal. Sur la base de ces résultats un débit de 1000 l/h de gaz CO a été utilisé durant toute la compagne d'essais de réduction. Les essais sont effectués en deux étapes :

(1) Etudier l'effet de la granulométrie, du rapport CO/N_2 et de l'oxydation de la calamine sur sa réductibilité.

(2) Etendre l'étude en opérant à des températures variant entre 750 et 1050°C et différents temps de réduction (40-180 mn) sous une atmosphère de CO pur.

L'évolution du taux de réduction est calculée sur la base des données obtenues par analyse chimique. L'identification des phases minéralogiques des poudres de fer réduites a été faite à l'aide de microscopie optique en lumière réfléchie, analyse par diffraction de rayons-X et analyse par microscopie électronique à balayage. La quantité totale de carbone déposée dans les échantillons réduits est obtenue par analyseur de carbone suivant la norme ISO 437 [15]. La teneur en oxygène résiduelle est aussi mesurée par la méthode décrite dans l'ISO 4491-2 [16].



Figure 3. Schéma expérimental de réduction en lit fixe [13]

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Effet des différents paramètres sur le taux de réduction

Des essais préliminaires ont été réalisés pour étudier l'effet du taux de CO dans le mélange (CO/N₂), de la granulométrie et de l'oxydation de la calamine sur l'évolution de la réductibilité à température constante 1000°C et temps de réduction 60 min. Les résultats sont présentés dans le Tableau 2.

L'échantillon de calamine réduit dans les conditions de l'essai n°1 a une faible teneur en fer total (78.85%) et un bas taux de réduction (34.48%). En diminuant la granulométrie jusqu'à 6.3-10 mm et en gardant le même rapport CO/N₂ ces deux indices évoluent dans le même sens (80.30 41.80%). Pour la même classe et granulométrique (6.3 -10 mm). l'augmentation du rapport CO/N₂ de 40 à 100 % (correspondant à CO pur), les autres paramètres restent invariables, on constate une nette amélioration de la réductibilité (41.80 à 68.06 %) et de la teneur en fer total (80.30 à 88.59 %). La teneur en fer métallique (Fe⁰) évolue de la même manière que celle du fer total tandis que celle de Fe²⁺ diminue. Ceci est en conformité avec le processus de réduction des oxydes de fer qui va de l'oxyde supérieur Fe_2O_3 au fer métallique (Fe⁰) en passant par Fe₃O₄ et FeO. L'essai n°5 montre l'effet de l'oxydation préalable de la calamine sur sa réductibilité, en maintenant les paramètres autres constants. La calamine a subit une opération d'oxydation à 1000 °C pendant 3h. La réductibilité ainsi que la teneur en fer total de la poudre de fer réduite respectivement, augmente, jusqu'à 86.21% et 92.96%. Le fer métallique évolue de la même manière (53.53 à 75.66 %). Dans l'essai n°6 où nous avons utilisé

un échantillon de granulométrie 2 - 3.15 mm, les autres paramètres sont identiques à l'essai n°5, on enregistre une élévation du taux de réduction (90.78 %) et de la teneur en fer total (94.74 %).

Le résultat le plus important qu'on peut tirer de ces essais est la forte influence du taux de CO dans le mélange (CO/N₂), de l'effet d'oxydation de la calamine ainsi que de la granulométrie sur le taux de réduction de la calamine et la teneur en fer total de la poudre de fer réduite. La quantité en fer total atteint sa valeur maximale (94.74 %) lorsqu'on réduit la calamine oxydée de granulométrie 2 -3.15 mm avec du CO pur à 1000 °C pendant 60 mn.

Tableau 2. Taux de réduction et composition chimique de poudre de fer réduite à $1000^{\circ}C$ et 60 mn en fonction du rapport CO/N_2 , de la granulométrie et de l'oxydation de calamine

Essais	Granul.	Gaz	Débit	Taux de	Analyses chimiques, %			6
\mathbf{N}°	mm	(CO/N ₂)	l/h	Réduction %	Fe _{total}	Fe ²⁺	Fe ⁰	Fe ³⁺
01	10-16	40/60	1000	34.48	78.85	54.32	18.04	6.49
02	6.3-10	40/60	1000	41.80	80.30	51.10	24.63	4.57
03	6.3-10	60/40	1000	49.38	85.68	48.38	33.60	3.60
04	6.3-10	100	1000	68.06	88.59	34.93	53.53	0.13
05^*	6.3-10	100	1000	86.21	92.96	17.18	75.66	0.12
06*	2-3.15	100	1000	90.78	94.74	12.10	82.54	0.10

* Calamine oxydée à 1000°C pendant 3h. (Fe_{total} = 71.12 %, Fe²⁺ = 14.0 %)

3.2 Effet de la température et du temps de réduction

Une autre série d'essais a été réalisée en faisant varier la température (750 à 1050°C) et le temps de réduction (40 à 180 mn). La calamine de granulométrie 2-3.15 mm subit, pendant 9h, une opération d'oxydation à 1000°C. Le gaz réducteur utilisé est du CO pur.

Les résultats des essais de réduction sont présentés dans la figure 4. Concernant les essais de réduction à 750 °C, on constate que suivant l'augmentation du temps de réduction, la teneur en fer total de la poudre de fer réduite diminue. Elle varie de 88.5 à 75.3% pour des temps de réduction qui varient, respectivement, de 40 à 180 mn. Dans le même intervalle de temps, la teneur en fer métallique (Fe⁰) augmente (40.6 à 56.9 %) et celle de Fe²⁺ diminue (47.8 à 19%). La diminution de la teneur en fer total peut être expliquée de la manière suivante : lors de la réduction des oxydes de fer par le monoxyde de carbone pur en wustite (FeO) et fer métallique (Fe⁰) il se produit en parallèle la dismutation du monoxyde de carbone suivant la réaction inverse de Boudouard [11] :

$$2(CO)_{ads} \rightarrow (CO_2)_g + C \tag{3}$$

et comme conséquence la déposition du carbone et sa réaction avec le fer métallique et la wustite pour former la cémentite Fe_3C .





Figure 4. Variation des teneurs $en - Fe_{tot}$ $\neg Fe^0 et - Fe^{++} à différents temps et températures de réduction$

La carburation des grains de fer réduits ou de wustite peut avoir lieu selon les réactions suivantes [8] :

$$3Fe + C \rightarrow Fe_3C$$
 (4)

$$3Fe + 2CO \rightarrow Fe_3C + CO_2$$
 (5)

$$3\text{FeO} + 5\text{CO} \rightarrow \text{Fe}_3\text{C} + 4\text{CO}_2$$
 (6)

Le monoxyde de carbone, adsorbé (réaction 3) à la surface des grains de fer métallique, se dismute plus facilement que lorsqu'il est seul. Le fer métallique joue le rôle de catalyseur [17]. Ainsi, comme on peut le voir de la figure 2 à 750°C, plus le temps de réduction augmente la teneur en fer métallique (Fe⁰) augmente aussi et par conséquent la vitesse de déposition du carbone due à la réaction (3) devient plus élevée.

La quantité en carbone des poudres de fer réduites augmente avec l'augmentation du temps de réduction et de ce fait la teneur en fer total diminue. La teneur en carbone total des poudres de fer réduites à différents temps et températures de réduction est présentée dans la figure 5. Elle montre que lorsque la température diminue et que le temps de réduction augmente, la teneur en carbone des poudres de fer réduites augmente aussi. Les mêmes constatations sont faites pour les essais de réduction réalisés à 850°C. Cependant. l'ordre de grandeur concernant la diminution de la teneur en fer total n'est pas le même que celui des essais à 750 °C. En conséquence, la déposition du carbone sera moins prononcée à 850 °C pour les différents temps de réduction. Pour les essais de réduction réalisés à 950 °C et 1050 °C, on note déjà une nette amélioration de la teneur en fer total et fer métallique lorsque le temps de réduction augmente. A 180 mn la teneur en fer total et fer métallique augmente, respectivement, jusqu'à 98.30 et 95.50 % à 950 °C et 98.40 et 97.20 % à 1050 °C. Concernant la déposition du carbone, on peut dire qu'elle est négligeable 1050 °C. à partir de



Figure 5. Evolution de la teneur en carbone total de poudres de fer réduites en fonction de la température et du temps de réduction

Dans la figure 6 sont présentés les diagrammes de diffraction de rayons X des différentes phases formées dans les poudres de fer réduites à différentes températures et temps de réduction 180 mn. L'analyse de ces diagrammes montre la présence, à 750 °C, du graphite, cémentite (Fe₃C), fer et de la wustite. A 850 °C et 950 °C on rencontre le graphite et le fer et à 1050 °C seule la phase du fer est présente dans la poudre de fer réduite.

L'examen au microscope, en lumière réfléchie, de sections polies d'échantillons réduits à différents temps et températures nous a permis de visualiser les phases formées au cours de réduction. La figure 7 montre les microstructures d'échantillons partiellement réduits à 750, 850, 950 et 1050 °C et à temps de réduction 40 mn. Lorsque le temps de réduction est insuffisant, les particules d'oxydes de fer, exposées au gaz réducteur, subissent une réduction frontale et laissent subsister un cœur d'oxydes (magnétite ou wustite) dans une enveloppe de fer métallique. A temps de réduction 180 mn, on trouve encore dans les échantillons réduits à des températures plus faibles (750 °C et 850

°C) des grains de wustite non réduits à l'intérieur de particules de poudre de fer comme est montré dans les figures 8(a) et 8(b) cependant, pour les échantillons réduits à 950°C et 1050°C, les oxydes de fer sont transformés totalement en fer métallique. Les figures 8(c) et 8(d) respectivement, montrent, la microd'échantillons structure complètement réduits en fer métallique à 950 et 1050 °C et temps de réduction 180 mn.

Les observations microscopiques faites les échantillons réduits sur sont confirmées par les résultats obtenus par diffraction des rayons X. L'examen au M.E.B. d'échantillons réduits à 1050°C et 180 mn montre la morphologie des particules de poudre de fer réduite (Fig. 9). Les poudres de fer sont composées d'amas ou d'agglomérats de cristaux spongieux. La forme irrégulière des surfaces et porosité de particules sont visibles. La morphologie des particules de poudre de fer réduite montrée dans les figures 9(a) et 9(b) est la forme typique de particules de poudre de fer obtenue par réduction avec du monoxyde de carbone [18, 19].



Figure 6. Diagramme de diffraction des rayons X de poudre de fer réduite à différentes températures et 180 mn

Les résultats présentés dans les figures 4, 5, 6, 7 et 8 montrent bien que la meilleure réduction des poudres de fer est obtenue à 1050 °C et 180 mn. Les résultats d'analyses chimiques de ces poudres sont présentés dans le tableau 3. Pour diminuer la teneur en carbone et en oxygène, la poudre de fer subit un recuit réducteur à l'hydrogène à 850 °C pendant 1h. Le recuit de réduction diminue considérablement la teneur en carbone et en oxygène, élimine l'écrouissage des particules et améliore la compressibilité des poudres lors de leur utilisation dans l'industrie de la métallurgie des poudres [17, 20, 21]. Après traitement, les teneurs en carbone et en oxygène des poudres de

fer réduites sont abaissées respectivement, jusqu'à 0.23 et 0.28 %.

4. CONCLUSION

Les résultats présentés et discutés dans cette étude peuvent être résumés dans les points suivants :

(1) Différents paramètres de réduction de la calamine avec du monoxyde de carbone ont été étudiés pour obtenir les meilleures conditions d'élaboration d'une poudre de fer ayant des propriétés physicochimiques exigées par la métallurgie des poudres.

Tableau 3. Analyse chimique (en %) de poudre de fer réduite à 1050 °C et 180 mn

Eléments	Fet	Fe ⁰	С	Si	Mn	Р	S	0
% massique	98.40	97.20	1.08	0.028	0.32	0.039	0.01	0.49



Figure 7. Microstructures de poudre de fer réduite (x220) pendant 40 mn et à: (a) 750 °C, (b) 850 °C, (c) 950 °C et (d) 1050 °C. M : magnétite, W : wustite, F : fer



Figure 8. Microstructures de poudre de fer réduite (x220) pendant 180 mn et à: (a) 750 °C, (b) 850 °C, (c) 950 °C et (d) 1050 °C. W : wustite F : fer



Figure 9. Image M.E.B. Morphologie de particules de poudre de fer réduite pendant 180 mn et à 1050 °C. (a) x 200, (b) x 1000

(2) La meilleure réduction a été obtenue à 1050 °C et 180 mn. Ceci est confirmé par les analyses chimiques et les diagrammes de diffraction des rayons X.

(3) Les teneurs en fer total et fer métallique atteintes dans la poudre de fer réduite sont, respectivement, de l'ordre de 98.4 et 97.2 %.

(4) Le recuit réducteur par l'hydrogène à 850 °C permet de diminuer la teneur en carbone et en oxygène dans la poudre de fer jusqu'à des valeurs admissibles.

(5) Les poudres de fer élaborées par le processus de réduction de la calamine peuvent être utilisées dans l'industrie de la métallurgie des poudres.

Remerciements : Nous tenons à exprimer nos sincères gratitudes à l'unité de recherche appliquée en sidérurgie et métallurgie (URASM, Annaba) ainsi qu'à l'unité carbure de l'entreprise des réalisations industrielles (ERIS, Batna) pour leur aide dans la réalisation des essais et des analyses chimiques.

Références

[1] Y. Bienvenu et S. Rodrigues, *Fabrication des poudres métalliques à partir de déchets pulvérulents*, ENSMP, Centre des matériaux, CNRS UMR 7633, France, 2007.

[2] D. Bouvard, *Métallurgie des poudres*, Paris, Hermès Science Publications, 2002.

[3] Uenosono et al, *Method for producing* sponge iron, and reduced iron powder and method for production thereof, United States Patent, 2003.

[4] Pyron, *expands across the powder range*, MPR, 1995.

[5] A. Pineau, N. Kanariand et I. Gaballah, *Kinetics of reduction of iron* oxides by H_2 , Part I: low temperature reduction of hematite Thermochimica Acta, Vol. 447, 2006, p. 89-10

[6] A. Pineau, N. Kanariand et I. Gaballah, *Kinetics of reduction of iron* oxides by H_2 , Part II : Low temperature reduction of magnetite Thermochimica Acta, Vol. 456, 2007, p. 75-88.

[7] H.K. Kohl et B. Marincek, *Cinétique de la réduction des oxydes de fer par le graphite*, Archiv Fur das Eisen, Vol. 36, Issue 12, 1965, p. 851-859.

[8] A.A. El-Geasy et M.I. Nasr, *Influence* of original Structure on the Kinetics and Mecha-nisms of Carbon Monoxide Reduction of Hematite compacts, ISIJ International, Vol. 30, 1990, p. 417-425.

[9] M.I. Martín, F.A. López, M.E. Rabanal et J.M. Torralba, *Obtainment of Sponge Iron by Reduction of a Steel Making By-Product*, 1st Spanish National Conference on Advances in Materials Recycling and Eco-energy, Madrid, 2009, p. 12-13

[10] J. Philiber et A. Vignes, *Métallurgie du minerai au matériau*, Dunod, 2002.

[11] K. Mondal, H. Lorethova, E. Hippo et T. Wittowski, *Reduction of iron oxide in carbon monoxide atmosphere, reaction controlled Kinetics*, Fuel Processing Technology, Vol. 86, 2004, p. 33-47.

[12] L. Coudurier, D.W. Hopkins et I. Wilkomirsky, *Fundamentals of Metallurgical Processes*, Pergamon press, 1978.

[13] Mesure de la réductibilité des minerais de fer par la méthode, C.R.M. Liège, 1980.

[14] B. Berg, J. Hankart et A. Poos, *Réductibilité des agglomérés*, Revue universelle des mines, 9^{ème} Série, T.XVII, n°3, 1962, p. 284-287.

[15] Normes ISO 4491-2, *Metallic Powders, Determination of Oxygen* Content by Reduction Method, Second Edition, 1997.

[16] Normes ISO 437, *Determination of Total Carbon Content*, Combustion gravimetric Method, First Edition, 1982.

[17] V.B. Akiminko, V.Y. Boulanov et V.V. Roukine, *Poudres de fer : Technologie, Composition, Structure, Propriétés et Economie*, Moscou, 1982.

[18] Z. Aslanoglu, *Direct reduction of mechanically actived specular iron oxides*, Mineral Processing and Extractive Metallurgy (Trans. Inst. Min. Metall. C), Vol. 114, 2005.

[19] B. Hu, Roles of Iron Metal Powders in Semi-Metallic Friction Materials, North American Höganäs, USA, The 7th International Technical Exchange & Products Exhibition on Friction Materials, June 16-18, 2005, Wuhan, China.

[20] Method for producing sponge iron, and reduced iron powder and method for production thereof, US Patent issued on july 19, 2005.

[21] Streicher et al., *Process for reducing* oxides contained in iron powder without substantial decarbu-rization thereof, United States Patent, Aug. 10, 1993.