

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIÉTÉ (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 31835 B1**
(51) Cl. internationale : **A01N 35/06; A01N 65/00; A01P 21/00; A01P 3/00**
(43) Date de publication : **01.11.2010**

(21) N° Dépôt : **32819**

(22) Date de Dépôt : **07.05.2010**

(30) Données de Priorité : **09.11.2007 FR 07 58919**

(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/FR2008/052022 10.11.2008**

(71) Demandeur(s) : **XEDA INTERNATIONAL, ZONE ARTISANALE LA CRAU ROUTE NATIONALE 7 F-13670 SAINT ANDIOL (FR)**

(72) Inventeur(s) : **SARDO, Alberto**

(74) Mandataire : **CABINET PATENTMARK**

(54) Titre : **UTILISATION DE SOLUTIONS D'HUILE DE MENTHE OU DE L-CARVONE POUR LE TRAITEMENT FONGICIDE ET/OU ANTIGERMINATIF DES BULBES ET/OU TUBERCULES**

(57) Abrégé : **LA PRÉSENTE INVENTION CONCERNE UN NOUVEAU PROCÉDÉ DE TRAITEMENT DES BULBES OU TUBERCULES AU MOYEN DE L-CARVONE ET/OU HUILE DE MENTHE PAR THERMONÉBULISATION.**

ABREGE DESCRIPTIF

UTILISATION DE SOLUTIONS D'HUILE DE MENTHE OU DE L-CARVONE POUR LE TRAITEMENT FONGICIDE ET/OU ANTIGERMINATIF DES BULBES ET/OU TUBERCULES

La présente invention concerne un nouveau procédé de traitement des bulbes ou tubercules au moyen de L-carvone et/ou huile de menthe par thermonébulisation.

fcy

**UTILISATION DE SOLUTIONS D'HUILE DE MENTHE OU DE L-CARVONE
POUR LE TRAITEMENT FONGICIDE ET/OU ANTIGERMINATIF DES BULBES
ET/OU TUBERCULES**

5 La présente invention concerne une méthode de traitement de bulbes ou tubercules, notamment anti-germinatif et fongicide. Ladite méthode permet notamment de décontaminer ou inhiber la contamination par champignon.

Les cultures agricoles sont soumises aux attaques de champignons, sur champ ou encore pendant leur stockage après récolte. Il en est notamment ainsi
10 de la pomme de terre qui peut être attaquée par le champignon *Rhizoctonia solani*. Celui-ci provoque un rhizoctone brun et se développe à partir des sclérotés noirs fixés sur le tubercule mère ou présents dans le sol. Les tubercules issus de plans atteints sont petits, difformes et anguleux. La contamination par *Rhizoctonia solani* se fait généralement dans le champ et se développe au cours du stockage.
15 Il est donc important de pouvoir mettre en œuvre un traitement fongicide sur champ et après récolte.

La pomme de terre est également sujette à la gale argentée (*Helminthosporium solani*).

Par ailleurs, au cours du stockage, les bulbes et tubercules sont sujets à germination qu'il est donc désirable d'éviter ou de limiter pour commercialiser
20 lesdits bulbes ou tubercules.

Il est donc souhaitable de mettre à disposition de nouveaux traitements fongicides et/ou améliorés, notamment d'origine naturelle, sans danger pour les consommateurs.

25 L'utilisation de la L-carvone pour le traitement anti-germinatif des pommes de terre a été décrit (voir notamment la demande EP 0 719 499). Néanmoins, ce procédé consistant en l'application par thermonébulisation une fois par mois de doses comprises entre 5 et 50 g de L-carvone par tonne de tubercules. Ce document ne décrit pas d'activité fongicide ; de plus, ce schéma d'application ne
30 permet pas d'obtenir un effet fongicide satisfaisant. Par ailleurs, l'activité fongicide de la L-carvone *in vitro* a également été décrite par Goris et al., Brighton Crop Protection Conference, Pest and Disease, 1994, 307-312). Néanmoins, cet article ne décrit que les tests expérimentaux à l'échelle du laboratoire difficilement

ful

prédicatifs à l'échelle industrielle. Par ailleurs, l'huile essentielle de menthe est utilisée par évaporation et cet article ne suggère aucunement les doses et/ou la fréquence d'application.

5 Il est donc désirable de mettre à disposition un nouveau procédé de traitement des cultures par l'huile de menthe ou L-carvone permettant d'obtenir l'effet anti-germinatif et fongicide.

10 Selon un premier objet, la présente invention concerne donc un procédé fongicide et/ou antigerminatif de traitement des cultures, au moyen de L-carvone et/ou huile de menthe par thermonébulisation, comprenant une application initiale de 60 à 400 g de L-carvone et/ou huile de menthe par tonne, puis une ou plusieurs applications à fréquence comprise entre 3 jours et 6 semaines.

15 De préférence, les activités fongicide et antigerminative sont obtenues conjointement aux doses et fréquences selon l'invention.

Selon un aspect avantageux, le procédé selon l'invention vise la décontamination ou la prévention de la contamination par des rhizoctones tel que *Rhizoctonia solani*, les gales, telles que la gale argentée, notamment
20 *Helminthosporium solani* ou le mildiou tel que *Phytophthora infestans*. Le procédé selon l'invention est particulièrement avantageux pour le traitement fongicide et antigerminatif de la pomme de terre.

25 Selon un autre aspect avantageux, les doses de la première application sont comprises entre 60 et 200 g de L-carvone et/ou huile de menthe par tonne de bulbes ou tubercules. La ou les applications suivantes peuvent être réalisées à des doses comprises entre 20 et 100 g par tonne.

30 Préférentiellement, la fréquence de la ou des applications ultérieures est comprise entre 3 jours et 4 semaines, plus préférentiellement 3 jours et 3 semaines.

Généralement, ladite composition est avantageusement appliquée au cours du stockage sur les bulbes ou tubercules récoltés.



Selon un mode de réalisation particulier, la composition peut être diluée, notamment dans un solvant organique.

5 A titre de solvant organique, on peut notamment citer le dipropylène glycol, le monopropylène glycol, la diisobutylcétone, l'alcool éthylique, l'alcool isopropylique ou leurs mélanges.

10 La carvone désigne le 2-méthyl-5-(1-méthyléthényl)-2-cyclohexène-1-one. A la différence de la D-carvone, dont la source naturelle principale est le cumin, et des autres monoterpènes oxygénés, la L-carvone est un composé naturellement ingéré en grandes quantités dans l'alimentation humaine, par exemple lors de la consommation de certains plats à base de menthe ou lors de la mastication de chewing gum, sa source naturelle principale étant la menthe commune ou *Mentha spicata*. La L-carvone peut être obtenue à partir de sources naturelles, notamment la menthe commune (*Mentha spicata*) ou par voie de synthèse à partir du limonène. La mise au point d'une méthode de traitement fongicide efficace utilisant comme matière active un produit consommé de façon courante dans l'alimentation répond aux besoins actuels de traitements non toxiques.

L'expression « traitement antigerminatif » vise la prévention et/ou l'inhibition de la germination des bulbes et tubercules.

20 L'expression "traitement fongicide" vise la décontamination ou la prévention de la contamination par des champignons, notamment la gale, le rhizoctone ou le mildiou. La gale argentée (*Helminthosporium solani*), *rhizoctonia solani* et *Phytophthora infestans* touchent notamment la pomme de terre.

25 Les compositions sont préparées par mélange de leurs composants selon un procédé connu en soi.

Les exemples suivants sont donnés à titre illustratif et non limitatif de la présente invention.

30

La thermonébulisation est un procédé consistant à appliquer notamment sur des fruits et légumes un brouillard extrêmement fin, dont les gouttelettes ont une taille de l'ordre du micromètre, produit par injection d'un liquide dans un



courant d'air chaud, qui sert de véhicule à des substances chimiques constituant les ingrédients actifs, le brouillard ainsi produit permettant un enrobage par le produit de traitement. Le procédé de thermonébulisation est notamment décrit dans EP 0 719 499. Il peut avantageusement être mis en œuvre par l'appareillage
5 Electrofog^R commercialisé par Xeda.

Les compositions sont préparées par mélange de leurs composants selon un procédé connu en soi.

10 La Figure 1 représente l'effet de la thermonébulisation de l'huile de menthe sur la germination de pommes de terre stockées. Les tubercules de quatre variétés ont été stockés pendant six mois à 8°C et 95% d'humidité et thermonébulisés mensuellement avec une dose d'huile de menthe de 100ml/t lors de la première application et 30ml/t pour chaque application ultérieure. Les
15 barres d'erreur représentent la déviation standard.

Les exemples suivants sont donnés à titre illustratif et non limitatif de la présente invention.

20 Exemples

Exemple 1

Des pommes de terre (*Desire cultivar*) ont été stockées à 8°C après récolte. Trois semaines après récolte, elles ont été traitées avec de l'huile de menthe naturelle contenant 75-80% de L-carvone. Le premier traitement (90 ml/tonne de
25 pommes de terre) a été suivi 21 jours plus tard par le second traitement (30 ml/tonne de pommes de terre), et les traitements suivants ont été effectués à intervalles de 45 jours (30 ml/tonne de pommes de terre). Tous les traitements ont été effectués au moyen du thermonébulisateur Xeda Electrofog.

30 Après quatre mois de stockage à 8°C, les pommes de terre ont été transférées à 20°C pour la plantation. Après 2-3 semaines, les pommes de terre ont commencé à germer. Les pommes de terre germées ont été plantées dans les champs. Le développement des pommes de terre traitées et non traitées a été

identique. Les récoltes issues des plants traités à l'huile de menthe n'ont pas été infectées par *Rhizoctonia solani* tandis que les pommes de terre issues des lots non traités ont été infectées. Ces résultats démontrent que l'huile de menthe peut être utilisée de façon efficace pour limiter la contamination des pommes de terre par *Rhizoctonia solani*.

Exemple 2 :

Activité de la L-carvone sur la gale argentée de la pomme de terre

Des pommes de terre Roseval ont été traitées par thermonébulisation avec de l'huile de menthe à 90 g/tonne, soit à 67-72 g/tonne de L-carvone puis 3 fois à 30 g/tonne soit 22,5-24 g/tonne de L-carvone à 21 jours d'intervalle. Elles ont été ensuite conservées pendant trois mois à 8°C. Les taux de recouvrement de la gale argentée ont été mesurés sur les lots traités à la L-carvone et les contrôles traités par thermonébulisation de CIPC à 200g/L à la dose de 60 mL/tonne pour la première application puis à 40 mL/tonne pour les applications successives. Les résultats sont rapportés dans le tableau suivant :

	Tubercules indemnes (%) Class 0	Recouvrement ≤ 5% (%) Class 1	Recouvrement 6-25% (%) Class 2	Recouvrement 26-50% (%) Class 3	Recouvrement 5-75% (%) Class 4	Recouvrement >75% (%) Class 5	Indice gale argentée (0-100) S. Scurf Index
L-carvone	71.5 a	28.5	0.0 b	0.0 b	0.0	0.0	0.8 b
Référence Thermo	60.2 b	26.2	7.7 a	3.9 a	0.7	1.5	5.7a
C. V.	3.55%	8.54%	34.66%	70.53%	157.77%	145.57%	32.40%
Signification	H.S.	N.S.	H.S.	H.S.	N.S.	N.S.	H.S.

Tableau 1 : Efficacité Gale argentée sur Roseval après 3 mois de conservation

Exemple 3 :

Les quatre variétés suivantes de pommes de terre ont été utilisées : Bellini, Mondiale, Désirée et Carlena. L'huile de menthe, commercialisée par Xeda International, Saint-Andiol, France, a été utilisée pour application par thermonébulisation (Electrofog, Xeda International).

Les traitements suivants ont été comparés : absence de traitement, dose de 100 mL/tonne pour la première application et 30 mL/tonne mensuelle pour chaque application ultérieure.

La thermonébulisation mensuelle a été commencée après deux semaines de stockage pendant lesquelles la température a été graduellement diminuée à 8°C. Pendant l'application, les entrées d'air ont été fermées et l'humidifiant arrêté. Les tubercules ont été stockés dans des boîtes plastique de 100 kg chacune. Le traitement a été appliqué dans des chambres de stockage de 8m³, à 8°C et 95% d'humidité.

La thermonébulisation des tubercules avec l'huile de menthe a conduit à une pénétration hautement efficace dans le stock de tubercules et à l'inhibition du procédé de germination. Les quatre variétés ont été stockées pendant plus de neuf mois sans germination. Les tubercules non traités ont commencé à germer après trois mois de stockage et les germes ont atteint plus de 4% du poids de la tubercule.

Les résultats sont illustrés à la figure 1.

Exemple 4 :

Les applications de Xeda HM Nat (55% L-carvone) sont réalisées par thermonébulisation à 180°C sur des pommes de terre Bintje stockées dans une cellule, à l'aide de l'Electrofog Xeda.

Ces cellules, de 12 tonnes environ de capacité, sont spécialement conçues pour ce type d'expérimentation, isolées, ventilées et équipées d'un système de distribution d'air homogène (boîte aux lettres) dans les caisses de stockage des pommes de terre (18 caisses par cellule).

Le maintien de la température de consigne de ces cellules se fait par l'introduction d'air froid extérieur selon le principe du mélange d'air utilisé en pratique dans les exploitations agricoles avec l'appui complémentaire, si



nécessaire, d'un groupe froid positionné à l'intérieur de la cellule. La température de consigne durant la conservation est de 7,5°C.

La première application est réalisée à la dose de 80 g/t de produit commercial puis les suivantes toutes les trois semaines à la dose de 30 g/t. Pour chaque notation, des échantillons en sacs filet sont placés au centre des caisses parmi les tubercules de remplissage pour en être extraits aux dates souhaitées pour être analysés. L'ensemble des caisses avec échantillons est réparti de façon homogène dans le bâtiment de stockage.

Les résidus de L-carvone dans les pommes de terre traitées sont analysés de la façon suivante :

Entraînement à la vapeur : hydrodistillation

Récupération dans l'hexane

Analyse en chromatographie phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse

Limite de détermination : 0,02 mg/kg

Taux de récupération : 114% à 0,05 mg/kg

92% à 0,13 mg/kg

Niveau de résidus dans les spécimens :

Code	Références laboratoire	Résidus L-carvone (mg/kg)
BI LC	PC 97 pe	0,02-0,12
Pommes témoin	PC 97 PE 570	< 0,02

La concentration de résidus obtenus peut être considérée comme négligeable.

Cette absence de résidus permet donc de garantir l'agrément réglementaire et l'innocuité pour les consommateurs.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé de traitement fongicide et/ou antigerminatif de bulbes ou tubercules comprenant l'application par thermonébulisation d'huile de menthe, de L-carvone, ou leurs mélanges, éventuellement dilué(s) dans un solvant organique, d'une dose initiale de L-carvone comprise entre 60 g et 400 g par tonne de bulbes ou tubercules, puis une ou plusieurs applications répétées à fréquence comprise entre 3 jours et 6 semaines.

2.- Procédé selon la revendication 1 tel que la dose initiale de L-carvone comprise entre 60 g et 200 g par tonne de bulbes ou tubercules.

3.- Procédé selon la revendication 1 ou 2 tel que la fréquence de la ou des applications ultérieures est comprise entre 3 jours et 3 semaines.

4. – Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3 tel que ladite composition diluée comprend au moins 30% en poids d'huile de menthe et/ou de L-carvone.

5. – Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes tel que ledit solvant organique est choisi parmi le monopropylène glycol, la diisobutylcétone, l'alcool éthylique, l'alcool isopropylique ou leurs mélanges.

6. - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, tel que les doses ultérieures sont comprises entre 20 g et 100 g de matière active par tonne.

7. - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, tel que ledit procédé est mis en œuvre en chambre de stockage.

8. - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, tel qu'il vise la décontamination ou la prévention de la contamination par un ou plusieurs champignons sélectionnés parmi *Rhizoctonia solani*, *Helminthosporium solani* et *Phytophthora infestans*.



9. - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, tel que l'on traite des pommes de terre.

A handwritten signature in black ink, located in the bottom right corner of the page. The signature is stylized and appears to be a cursive name.

