

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de
La Recherche Scientifique



UNIVERSITÉ ECHAHID HAMMA LAKHDAR



EL OUD

FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE
DEPARTEMENT D'AGRONOMIE

MEMOIRE DE FIN DE D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de Master Académique

En science Agronomiques

Spécialité : production végétale

THEME

Essai de formulation d'un insecticide
à base d'huiles essentielles

Présenté par :

BOUKHALFA Radia

MERABET Khemissa

Devant le jury :

Président: SERRAYE. A

MAA

U. Echahid Hamma Lakhdar- El Oued

Promoteur: BABAUSMAIL. M

MCB

U. Echahid Hamma Lakhdar- El Oued

Examineur: BOUKHETACHE. N

MCB

U. Echahid Hamma Lakhdar- El Oued

Année universitaire : 2022/2023

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



DÉDICACES

*Je dédie ma réussite à ceux qui m'ont
Accompagné avec amour et tendresse,
À ceux qui ont semé l'espoir et l'optimisme
en moi pour atteindre ce succès, à mes
Parents qui sont mon fondement, ma vie
Et mon modèle à suivre.*

*À mes frères et sœurs, à ma famille et à mes amis,
Et à tous ceux qui ont été à mes côtés tout
Au long de mon parcours, vous êtes la pierre angulaire de ma joie
et de mon soutien.*

Radia



REMERCIEMENTS

*Nous tenons tout d'abord, à remercier Dieu
le tout puissant pour nous avoir donné santé, force, courage
et volonté de continuer nos études et de mener
à bien ce modeste travail.*

*Nous tenons également à remercier et exprimer notre gratitude
À notre encadrant, le Professeur **Dr. BABA OUSMAIL Mahfoud**,
Pour son encadrement, son suivi régulier et ses précieux conseils qui ont
été déterminants dans la réussite de ce travail.*

*Nous adressons également nos remerciements les plus sincères
À la commission de soutenance, pour l'intérêt qu'elle a porté à notre
Travail, pour son évaluation minutieuse et constructive, ainsi que pour
Les suggestions et les recommandations précieuses
Qu'elle nous a fournies.*

*Nos sincères remerciements à tous ceux qui
Ont contribué de près ou de loin à la réalisation
De ce travail.*

Liste des abréviations

OMS : Organisation mondiale de la Santé.

M. piperita: *Mentha piperita*.

O. basilicum: *Ocimum basilicum*.

C. citratum: *Cymbopogon citratus*.

S. aromaticum : *Syzygium aromaticum*.

ZnO NPs : Nanoparticels de d'oxyde de zinc.

HE : Huile essentielle.

DL50 : Dose létale qui provoque 50% de mortalité.

DL90 : Dose létale qui provoque 90% de mortalité.

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Comparaison de l'efficacité des huiles essentielles par inhalation selon le temps létale 50 et 90.	25
Tableau2 :Comparaison de l'efficacité des huiles essentielles par contact selon les temps létales 50 et 90.	28
Tableau 3 : Détermination des concentrations létales 50 (DL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de <i>T. castaneum</i> pour la concentration 1% par inhalation.	29
Tableau 4 :Détermination de la concentration létale 50 (CL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de <i>T. castaneum</i> pour la concentration 1% par contact.	30
Tableau5 : Détermination de Temps létale 50 (TL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de <i>T. castaneum</i> pour la concentration 1% par contact.	31
Tableau6 : Détermination de Temps létale 50 (TL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de <i>T. castaneum</i> pour la concentration 0,5% par Inhalation.	32
Tableau 7 : Détermination de Temps létale 50 (TL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de <i>T. castaneum</i> pour la concentration 0,1% par Inhalation.	33

Liste des figures

Figure 1 : Différents états de <i>Tribolium castaneum</i> .	4
Figure 2 : Cycle biologique de <i>Tribolium castaneum</i> .	5
Figure 3 : Plante la menthe poivrée (<i>Mentha piperita</i>).	10
Figure 4 : Structure des clous de girofle.	12
Figure 5 : présentation de l' <i>Ocimum basilicum</i> .	14
Figure 6 : plante de <i>Cymbopogon citratus</i> .	16
Figure 7 : Matériel utilisé au laboratoire pour les différents tests.	19
Figure 8 : Elevage de masse de <i>T. castaneum</i> .	20
Figure 9 : Dispositif expérimental du test par inhalation.	21
Figure 10 : Dispositif expérimental du test de répulsion.	22
Figure 11 : Dispositif expérimental du test par contact.	23
Figure 12 : Taux de mortalité des adultes de <i>Tribolium castaneum</i> traités par inhalation à une concentration 1% d'huiles essentielles.	25
Figure 13 : Comparaison de l'effet répulsif de l'huiles essentielles à l'égard des adultes <i>T. Castaneum</i> après 50 heures d'exposition à une concentration 1%.	26
Figure 14 : Taux de mortalité des adultes de <i>Tribolium castaneum</i> traités par contact à une concentration 1% d'huiles essentielles.	27
Figure 15 : Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigée des adultes de <i>T. castaneum</i> en fonction du logarithme de la concentration 1% à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par inhalation.	29
Figure 16 : Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigées des adultes de <i>T. castaneum</i> en fonction du logarithme de la concentration 1% à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par contact.	30

Figure 17: Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigées des adultes de <i>T. castaneum</i> en fonction du logarithme pour la concentration 1% à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par contact.	31
Figure 18 : Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigées des adultes de <i>T. castaneum</i> en fonction du logarithme pour la concentration 0,5% à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par inhalation.	32
Figure 19 : Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigées des adultes de <i>T. castaneum</i> en fonction du logarithme pour la concentration 0,1% à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par inhalation.	33

Sommaire

<i>Liste des abréviations</i>
<i>Liste des Tableaux</i>
<i>Liste des figures</i>

Introduction	1
<i>Partie I : Partie Bibliographique</i>	
<i>Présentation de <i>Tribolium castaneum</i></i>	
1. Etymologie	3
2. Position systématique	3
3. Origine et répartition	3
4. Descriptions	3
4.1.Œuf	4
4.2.Larve	4
4.3.Nymphe	4
4.4.Adulte	4
5. Cycle biologique	5
6. Dégâts	6
7. Lutte	6
7.1.Lutte préventive	6
7.2.Lutte physique	7
7.2.1. Par froid	7

7.2.1. Lutte Par chaleur	7
7.3.Lute chimique	7
7.3.1. Contact	7
7.3.2. Fumigation	7
7.4.Lutte biologie	8
Présentation les huiles essentielles	
1. Généralités sur la menthe poivrée (<i>Mentha piperita</i>)	9
1.1. Origine et distribution de la Plante	9
1.2. Position systématique	9
1.3. Description botanique	9
1.4. Utilisation de menthe poivrée	10
1.5. Composition chimique	10
2. Généralité sur le Girofle (<i>Syzygium aromaticum</i>)	11
2.1. Origine (répartition géographique)	11
2.2. classification de l'espèce	11
2.3. Description	11
2.4. Utilisation	12
2.5. Composition chimique	13
3. Généralités sur le basilic (<i>Ocimum basilicum</i>)	13
3.1.Origine de l'espèce	13
3.2. Position systématique	13
3.3. Description botanique	14
3.4. Utilisation	14

3.5. Composition	14
4. Généralité sur la Citronnelle (<i>Cymbopogon citratus</i>)	15
4.1. Origine du plant	15
4.2. Position systématique	15
4.3. Description	15
4.4. Utilisation	16
4.5. Composition chimique	16
Présentation de nanoparticules d'oxyde de zinc	
1. Introduction	17
2. Définition	17
3. Synthèse chimique de nanoparticules d'oxyde de zinc	17
4. Utilisation	17
<i>Partie II : Partie Pratique</i>	
Matérielle et Méthode	
1. Matériel	18
1.1. Matériel de laboratoire	18
1.2. Matériel biologique	18
1.2.1. Tribolium rouge de la semoule	18
1.2.2. Huile essentielle	18
1.2.3. Nanoparticules de d'oxyde de zinc (ZnO NPs)	18
1. Méthodes	20
2.1. Elevage en masse	20
2.1. Préparation des concentrations de traitement	20
2.3. Bioessais sur les adultes de <i>T. castaneum</i> en utilisant quatre huiles essentielles	20
2.3.1. Tests par inhalation	21

2.3.2. Test par répulsion	22
2.3.3. Test par contact	23
2.4. Bioessais sur les adultes de <i>T. castaneum</i> utilisant ZnONPs	24
Résultat et Discussion	
1. Résultats	
1.1. Comparaison de l'efficacité des huiles essentielles	25
Par Inhalation	25
Par répulsion	26
Par contact	27
1.1. Effet huile essentielle de menthe poivrée	28
Par Inhalation	29
Par contact	30
2. Discussion	34
2.2. Effet huiles essentielles contre <i>T. castaneum</i>	34
2.1.1. Par inhalation	34
2.1.2. Par répulsion	38
2.1.3. Par contact	42
2.2. Effet nanoparticules d'oxyde de zinc contre <i>T. castaneum</i>	44
Conclusion	47
Références Bibliographique	

Introduction Générale

Introduction

Les denrées stockées constituent une source importante de nourriture pour les populations dans de nombreux pays en développement, où elles représentent souvent une grande partie de l'alimentation humaine. Cependant, ces denrées sont constamment menacées par les insectes ravageurs, tels que les charançons, les mites, les coléoptères et les mouches. Ces insectes se nourrissent des denrées stockées, se multiplient rapidement (**Benazzedine, 2010**).

Les insectes ravageurs des denrées stockées causent des pertes estimées à 100 millions de tonnes pendant leur stockage, dont 13 millions sont causées par les insectes. Dans les pays développés, ces pertes sont d'environ 3%, tandis qu'en Afrique, elles atteignent 30% (**Benazzedine, 2010**).

Les insectes ravageurs des denrées stockées peuvent causer une variété de dommages. En plus de dévorer une quantité importante de nourriture, ils peuvent contaminer ces denrées avec leurs exuvies larvaires, des déjections, des odeurs, des toiles de soie et des cadavres. Ces contaminations peuvent entraîner des réactions allergiques chez les consommateurs (**Stejskal et al., 2003**).

Parmi les principaux insectes ravageurs des denrées stockées et des céréales dans le monde entier figure *Tribolium castaneum* (Herbst) (**Syed Shayfur et al., 2007**). Les *Tribolium* ont été signalés sur plus d'une centaine de denrées alimentaires différentes, et leurs préférences alimentaires peuvent varier en fonction des races géographiques ou des lignées génétiques (**Steffan, 1978**). Leurs dommages entraînent des pertes économiques importantes et posent un grave problème pour le stockage des grains (**Garcia et al., 2005**).

En raison de leur efficacité et de leur facilité d'application, les insecticides chimiques sont actuellement la technique la plus couramment utilisée pour lutter contre les insectes nuisibles. Toutefois, leur utilisation intensive et inconsidérée a entraîné une contamination de la chaîne alimentaire. De plus, l'utilisation répandue de ces pesticides a conduit à l'apparition de formes de résistance chez les insectes ciblés (**Leonard et Ngamo, 2004**). En raison de l'interdiction de certains insecticides chimiques par l'OMS, de nombreux pays ont adopté de nouvelles méthodes de lutte plus respectueuses de l'environnement afin de limiter l'utilisation de produits chimiques. À cette fin, de nombreuses recherches récentes se sont concentrées sur la découverte de substances insecticides efficaces et respectueuses de la santé humaine et de l'environnement.

Il existe de nombreuses opportunités offertes par le règne végétal pour lutter contre les insectes ravageurs. Des études sont actuellement menées pour identifier des substances extraites de plantes qui ont une activité insecticide (**Lichtenstein, 1996**).

Les huiles essentielles sont des métabolites secondaires produits par les plantes en tant que moyen de défense contre les ravageurs phytophages (**Cseke et Kaufman, 1992**). Dans les pays développés ou en voie de développement, les huiles essentielles occupent une place importante dans les systèmes de lutte contre les ravageurs et leur rôle dans la recherche phytopharmaceutique dans certains pays est désormais établie. Les substances d'origine naturelle, en particulier les huiles essentielles, sont actuellement considérées comme une solution alternative pour lutter contre les insectes ravageurs (**Lahlou, 2004**).

L'objectif de notre travail s'inscrit dans ce contexte, où nous avons cherché à tester l'effet insecticide de quatre huiles essentielles menthe poivrée (*Mentha piperita*), girofle (*Syzygium aromaticum*), citronnelle (*Cymbopogon citratus*) et basilic (*Ocimum basilicum*) sur le *Tribolium castaneum* dans des conditions de laboratoire. Nous avons évalué l'effet de ces huiles essentielles par inhalation, ingestion et répulsion.

Notre travail se compose de 2 Parties :

- **Partie bibliographique I:** Présentation des insectes étudiés

Présentation des huiles essentielles

Présentation Nanoparticules de d'oxyde de zinc.

- **Partie pratique II :** Matériel et Méthodes

Résultat et Discussion

Notre travail se termine par une conclusion générale et perspective de recherche.

Partie I

Partie bibliographique

**Présentation de *Tribolium*
*castaneum***

1. Etymologie

Nom commun français : Tribolium rouge de la farine, petit ver de la farine (**Delobel et Trans,1993**).

Nom anglais : Red flour beetle(**Delobel et Trans, 1993**).

Nom espagnol : Tribolio castaneo ou gorgoiocastano de la harina (**Delobel et Trans, 1993**).

2. Position systématique

Selon **Herbest (1797)**, la position systématique de *Tribolium castaneum* :

Règne:	Animalia
Phylum:	Arthropoda
Subphylum:	Hexapoda
Classe:	Insecta
Ordre:	Coléoptères
Superfamille:	Tenebrionoidea
Famille:	Tenebrionidae
Sous-famille:	Tenebrioninae
Tribu:	Triboliini
Genre :	Tribolium
Espèce:	<i>Tribolium castaneum</i>

3. Origine et répartition

L'espèce paraît originaire d'Asie du Sud, elle est actuellement cosmopolite (**Delobel et Trans, 1993**). On les trouve dans les endroits où les céréales sont stockées sous forme de céréales ou de farine .il abondent sous les tropiques il est présent, uniquement dans les stockages à température élevée (**Christine, 2001**).

4. Descriptions

Tribolium rouge de la farine (*Tribolium castaneum*) est un insecte appartenant à la famille des Tenberiodaes, il est un des insectes des stocks plus ubiquiste et le plus polyphage. Les adultes et les larves ne s'implantent généralement dans les gains qu'après les attaques de ravageurs primaires que leur ouvrent la porte (**Camara,2009**).

4.1. Œuf

l'œuf sont de forme ovoïde, mesurant presque 0,6mm de longueur sont blanchâtres ou sans couleur recouvertes par une graisse vis queues, qui lui permet de se coller aux particules de nourritures et d'autres débris (GODON et WILIM.1998; khayra et al., 2019).

4.2. Larve

La larve mesure 6mm, environ 8 fois plus longue que large, portant trois paires de patte. Elle est de forme vermiformes (Madene, 2014 ; Camara, 2009), d'un jaune très pâle à maturité avec latéralement quelques courtes soies jaunes. Le dernier segment abdominal est terminé par une paire d'urogomphes recourbés vers le haut, dans un plan perpendiculaire à celui corps. Elle se distingue de la larve de *Tribolium confusum* par la pilosité du labre, réduite à deux touffes de soies latérales (Delobel et Trans, 1993).

4.3. Nymph

Selon CHRISTINE (2001), la nymphe chez *T. castaneum* est L'est de forme cylindrique et de couleur blanche, virant au jaune.

4.4. Adulte

L'adulte est uniformément brun rougeâtre, Mesures de 3 à 4. TI est étroit, allongé, à bord Parallèles.(Camara, 2009).La tête et la partie supérieure du thorax sont couvertes de minuscules ponctions. Les ailes est les élytres sont striés sur toute leur longueur, le dernier article des antennes est légèrement renflé avec des yeux de couleurs rouges. Le prothorax a généralement des bords tranchants. La partie terminale de l'abdomen porte deux épines (Christine, 2001).

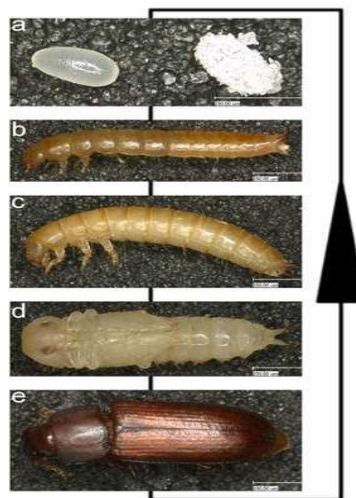


Figure 1: Différents états de *T. castaneum* (a :œuf, b-c :larve, d :nymphe,e : adulte)
(Knorr, 2014).

5. Cycle biologique

Comme tous les coléoptères, *Tribolium castaneum* est un insecte à métamorphose complète (holométabole).

Des l'âge de trois jours, la femelle pond quotidiennement une dizaine d'œufs. La femelle pond entre 300 à 1000 œufs au cours de sa vie. Les œufs éclosent au bout de 5 à 12 jours selon la température et l'humidité relative. Le taux d'éclosion augmente avec l'augmentation de la température où la température idéale pour l'éclosion est de 28,5°C. Les œufs sont déposés en vrac sur les graines et sont difficiles à déceler.

Les larves circulent librement dans les denrées infestées et s'y nymphosent sans cocon. La vie larvaire dure à peu près trois semaines contrairement à la durée de développement la nymphe (la durée du cycle dure 33 jours).

L'adulte qui émerge de la nymphe vit en moyenne 6 mois mais il peut survivre jusqu'à une année et de mie (Arab, 2018).

La durée du cycle peut atteindre 120 jours à des températures comprises entre 35-38°C La longévité moyenne est de 250 jours à 25°, 200 jours à 30°, 2 à 3 mois à 35° sur grains de blé, plus d'une année sur farine (Delobel et Trans, 1993).

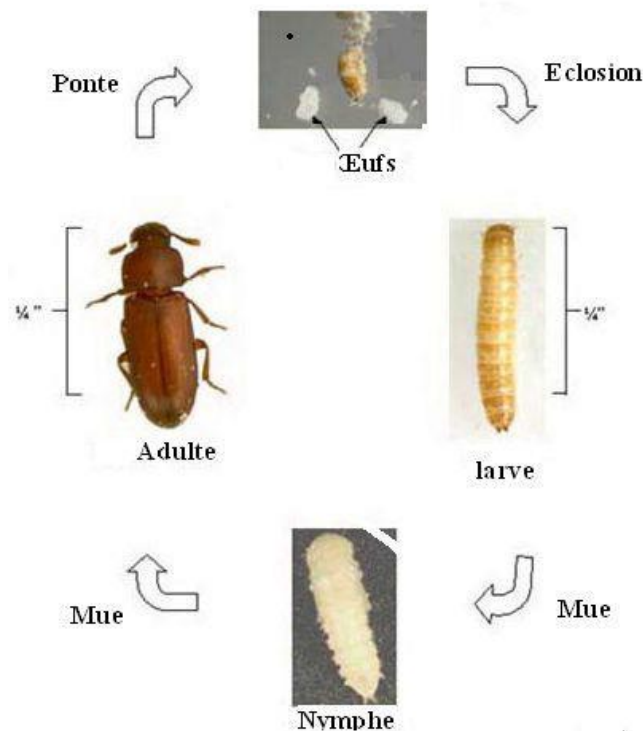


Figure 2: Cycle biologique de *Tribolium castaneum* (ARAB, 2012).

6. Dégâts

Tribolium castaneum (Herbst, 1797), le coléoptère rouge de la farine (Coleoptera: Tenebrionidae), est l'un des principaux ravageurs affectant les céréales entreposées après récolte dans le monde, avec l'un des effets les plus nocifs sur la production agricole.(Santos.2022).Ils peuvent causer des pertes importantes en réduisant la qualité et la quantité des produits stockés(Bounechada et Arab, 2011).

De plus, la contamination des excréments de *T. castaneum* favorise l'apparition et la propagation ultérieures de microorganismes potentiellement nocifs, tels que les champignons et les bactéries, ce qui réduit la qualité globale des produits à base de farine et entraîne une perte considérable de biomasse alimentaire (Santos, 2022).

Les infestations peuvent se produire dans une grande variété de produits alimentaires, allant des produits céréaliers moulus, des farines dans lesquelles il creuse des galeries. Il leur communique une teinte brunâtre et une odeur âcre et rend la panification difficile (Santos, 2022 ; Camara, 2009), À forte densité, il peut conférer une coloration rosée aux denrées qu'il infeste. (Belkadi et Hadj-Ali, 2016).

L'infestation causée par le *T.castaneum* dans les grains non traités durant 9 mois de stockage réduit la germination et augmente les dommages sur le grain de 9% à 39%(Madene, 2014).

7. Lutte

7.1.Lutte préventive

- Selon les bonnes pratiques de stockage de céréales, le séchage des grains est une étape cruciale et la méthode utilisée dépend des conditions locales.
- L'exposition au soleil peut être bénéfique car elle peut faire fuir les insectes adultes qui ne supportent pas les températures élevées (supérieures à 40-44 °C) et la lumière forte, mais le séchage artificiel permet des températures beaucoup plus élevées.
- Il est également important de ne jamais stocker la nouvelle récolte avec les restes de la récolte précédente. Pour réduire le risque de pertes, il est conseillé de ne stocker que les grains de qualité pour le stockage à long terme.
- Lors du stockage, les sacs doivent être empilés de manière à permettre la circulation de l'air pour sécher et refroidir les grains. Les sacs doivent être de préférence placés sur des palettes en bois pour éviter tout contact direct avec le sol(Groot, 2004).

7.2.Lutte physique

lutte physique désigne l'ensemble des techniques de lutte dont le mode d'action principal ne repose sur aucun processus biologique, biochimique ou toxicologique (**Panneton et al., 2000**).

7.2.1. Lutte par froid

Selon **Abdelaziz (2011)**, la température idéale pour le développement des insectes des denrées stockées se situe entre 25 et 33°C. Des températures basses inférieures à 10°C retardent le développement de ces insectes, réduisant ainsi leur nombre à un niveau où ils ne peuvent plus causer de dommages considérables.

7.2.2. Lutte Par chaleur

En Australie et en France, des tests de désinsectisation par la chaleur ont été effectués sur des produits dérivés. Cette technique consiste à traiter les produits à haute température (60°C à 180°C) en les faisant passer à travers des lits fluidisés. Bien que la température propre du produit ne dépasse pas 65°C à 70°C, le choc thermique de quelques minutes suivi d'un refroidissement rapide provoque une mortalité importante des insectes, sans affecter les qualités technologiques du produit (**Fleura-Lessard. 2002**).

7.3.Lute chimique

L'utilisation de produits chimiques reste actuellement la technique la plus couramment utilisée pour lutter contre les organismes nuisibles présents dans les stocks de produits alimentaires, en raison de son efficacité et de son application facile et pratique(**Magan et al.,2004**).

En général, deux types de traitement sont utilisés pour cette méthode :

7.3.1. Contact

Une méthode de lutte contre les insectes consiste à appliquer une pellicule d'insecticide sur les grains, les emballages et les locaux de stockage. Cette technique agit par contact sur les ravageurs et peut avoir un effet plus ou moins rapide, avec une persistance d'action plus longue, ces insecticides peuvent être utilisés sous forme de poudre ou après dilution. Selon **Cruz et al. (1988)**.

7.3.2. Fumigation

La fumigation est une méthode de lutte contre les insectes qui implique l'utilisation d'un gaz toxique, appelé fumigants, pour traiter les grains. Cette technique présente l'avantage majeur

de faciliter la pénétration des gaz à l'intérieur du grain, permettant ainsi de détruire les œufs, les larves et les nymphes des insectes qui s'y développent, (**Cruz. 1988**).

7.4.Lutte biologique

La lutte biologique est une méthode traditionnelle qui consiste à utiliser des micro-organismes naturels tels que des prédateurs (tels que les Cheyletidae acariens), des parasites (tels que *Lariophagus distinguendus*) ou des agents pathogènes tels que des bactéries ou des champignons. De plus, cette méthode utilise également des produits naturels d'origine végétale tels que des poudres minérales, des huiles végétales et des huiles essentielles pour lutter contre les organismes nuisibles des stocks de produits alimentaires (**Seck 1991**).

Présentation les huiles essentielles

1. Généralités sur la menthe poivrée (*Mentha piperita*)

1.1. Origine et distribution de la Plante

La menthe poivrée est originaire d'Inde. Elle est cultivée en Europe centrale, méridionale, au nord et en Amérique du Sud, en Asie, presque dans le monde entier. On la trouve à l'état sauvage tout au long de l'Australie, de l'Amérique du Nord et de l'Europe. La menthe poivrée pousse dans les régions du nord (Charles, 2013).

Les États-Unis sont le premier producteur d'huile essentielle de menthe poivrée, cultivée dans l'Oregon, l'Idaho, l'Indiana, Washington et Wisconsin (Charles, 2013).

1.2. Position systématique

Selon Baudoux (2002), la position systématique de la menthe est la suivante :

Groupe : Dicotylédones

Règne : Plantae

Division : Magnoliophyta

Classe : Magnoliopsida

Ordre : Lamiales

Famille : Lamiaceae

Genre : *Mentha*

Espèce : *Mentha x piperita*.

1.3. Description botanique

M. piperita L. est une menthe vivace est très cultivée (Benabdellah et Chaabane, 2017) appartient de la famille des Labiatae (Afkar et al 2013). Est l'hybride stérile issu du croisement *M. aquatica* L. x *M. spicata* L (Benabdellah et Chaabane, 2017).

C'est une plante rampante à tiges ascendantes, quadrangulaires, pouvant atteindre 1,20 mètre de haut. Ses feuilles sont opposées, ovales, aiguës et dentées, généralement d'une belle couleur verte, souvent ridées, parfois duveteuses, desquelles se dégage une forte odeur de "menthe" facilement reconnaissable. Les fleurs, qui poussent en grappes à l'aisselle des feuilles, sont de couleur rose, et les tiges sont de couleur pourpre. La variété Menthe Poivrée (*Mentha piperita*) a des tiges pourpres (MORIGANE, 2007).



Figure 3 : Plante la menthe poivrée (*Mentha piperita*) (MORIGANE, 2007 ; www.larousse.fr).

1.4. Utilisation de menthe poivrée

La menthe poivrée est utilisée comme aide digestive générale et employée dans le traitement des problèmes de digestion et de coliques intestinales. Elle peut également augmenter le flux de la bile de la vésicule biliaire. Boire de trois à quatre tasses par jour entre les repas peut soulager les troubles gastriques et gastro-intestinaux. Lorsqu'elle est appliquée localement, elle agit comme un contre-irritant et un analgésique avec la capacité de réduire la douleur et d'améliorer la circulation sanguine vers la zone affectée (Akdogan et al., 2003).

L'huile de menthe poivrée est largement utilisée pour les maux de tête, les douleurs nerveuses, les douleurs dentaires, l'inflammation de la bouche, les affections articulaires, les démangeaisons, les éruptions allergiques, la répulsion des moustiques, le rhumatisme, les douleurs musculaires, etc. (Kumar et al., 2015).

1.5. Composition chimique

La menthe poivrée est cultivée principalement pour son huile essentielle obtenue à partir de feuilles broyées par distillation (Beigi et al, 2018). Cette huile se constitue principalement de menthol (monoterpénol) : 35 à 70 % et de menthone (cétone) : 20 à 30 %, en plus des composés minoritaires tels que la menthofuranne : 1 à 2 %, les monoterpènes : 2 à 18 %, les sesquiterpènes : 6 %, les oxydes (cinéole) : 5 à 10 %, et les esters (Acétate de menthyle) : 2 à 10 % (Abadlia et Chebbour, 2014). La composition chimique des feuilles de menthe poivrée peut varier selon la maturité de la plante, la région géographique et les conditions de traitement (Beigi et al, 2018).

2. Généralité sur le Girofle(*Syzygium aromaticum*)

2.1. Origine (répartition géographique)

Le giroflier est un arbre tropical appartenant à la grande famille des myrtacées, originaire d'Indonésie, dans la partie sud des Philippines et les îles de Moluques, d'Afrique et d'Amérique du Sud, principalement dans des pays tropicaux" (Penot et al., 2014).Le clou de girofle est largement répandu dans les régions tropicales et subtropicales du monde entier, notamment en Asie (notamment au Sri Lanka, en Inde, en Tanzanie et en Malaisie), à Madagascar et dans les régions océaniques du Pacifique(Ayushi et al., 2020).

2.2. Classification de l'espèce

Règne : Plantae

Sous-règne : Tracheobionta

Embranchement : Magnoliophyta

Sous-embranchement : Magnoliophytina

Classe : Magnoliopsida

Ordre : Myrtales

Famille : Myrtaceae

Genre : *Syzygium*

Espèce : *Syzygium aromaticum*(Ghedira, Goetz, & Le Jeune, 2010).

2.3. Description

Le clou de girofle, connu sous le nom scientifique de *Syzygium aromaticum* (*S. aromaticum*) (synonyme : *Eugenia caryophyllata*), appartient à la famille des Myrtaceae.

Le clou de girofle provient d'un arbre appelé giroflier, qui possède une cime en forme conique (MORIGANE, 2007 ; Danthu et al., 2014). Cet arbre, qui pousse droit et a une taille moyenne, peut atteindre une hauteur de 10 à 12 mètres (Kaur, Kaushal, 2019).

Le giroflier est caractérisé par un feuillage persistant et résistant, composé de grandes feuilles oblongues à elliptiques, simples et opposées, obovales, glabres et contenant de nombreuses glandes à huile sur leur face inférieure. Les fleurs, de couleur pourpre, sont de petite taille et sont hermaphrodites, regroupées en cymes terminales de 20 à 25 fleurs qui forment

généralement trois ramifications appelées « griffes » (Kaur, Kaushal, 2019 ; Danthu et al., 2014). Les boutons floraux peuvent varier en couleur, allant du crème au rouge, tandis que ses baies sont de couleur pourpre. Les clous de girofle sont en réalité les boutons floraux qui n'ont pas encore éclos. Ils sont récoltés puis séchés pour être utilisés (MORIGANE, 2007 ; Danthu et al., 2014).



Figure 4 : Structure des clous de girofle(Sophie, 2015 ;MORIGANE, 2007).

2.4. Utilisation

Le clou de girofle, connu scientifiquement sous le nom de *Syzygium aromaticum*, est une plante connue pour ses nombreuses propriétés médicinales. L'une de ses dernières applications est en tant qu'agent larvicide pour lutter contre la dengue, l'un des principaux problèmes de santé dans les pays tropicaux. Le clou de girofle est également traditionnellement utilisé pour le traitement des troubles digestifs tels que la diarrhée, les nausées, les flatulences et la dyspepsie. De plus, il agit comme agent antibactérien en renforçant le système de défense naturel du corps contre les microbes nocifs (Ayushi et al., 2020).

L'huile de clou de girofle est utilisée largement comme arôme pour divers produits alimentaires tels que la viande. Elle est également utilisée en médecine pour ses propriétés antibactériennes, antiseptiques et antibiotiques. Elle a également été utilisée avec succès pour l'asthme et divers troubles allergiques par voie orale. Les sesquiterpènes, trouvés dans le clou de girofle, ont également été étudiés en tant qu'agents anti carcinogènes potentiels. L'huile a de nombreuses applications industrielles et est utilisée dans les parfums, les savons et comme agent de clarification dans le travail histologique. De plus, les clous de girofle sont

antmutagènes, anti-inflammatoires, antioxydants, antiviraux, antithrombotiques et antiparasitaires (Mittal et al.,2014).

2.5. Composition chimique

Plusieurs études ont été menées pour identifier les différents composants de *S. aromaticum*. Les boutons de clou de girofle contiennent 15 à 20 % d'huile essentielle, qui est dominée par l'eugénol (70 à 85%)(Mittal et al.,2014),l'acétate d'eugényle (5,62 %), le β -caryophyllène (1,39 %), la 2-héptanone (0,93 %), l'hexanoate d'éthyle (0,66 %), l'humulénol (0,27 %), l' α -humulène (0,19 %), la calacorène (0,11 %) et la calaménène (0,10 %). L'huile essentielle extraite des boutons de clou de girofle contient ces composants en quantités variables (Ayushi et al., 2020).

3. Généralités sur le basilic (*Ocimum basilicum*)

3.1. Origine de l'espèce

Le basilic est originaire d'Asie méridionale, d'Iran et du Moyen-Orient (Carron et al., 2004). Cette herbacée est annuelle sous des climats tempérés, mais vivace en climat tropical (Aiboud, 2012). Le basilic est spontané dans plusieurs contrées subtropicales et largement utilisé comme aromate (Belkamel, Abdeljalil, et al., 2008).

3.2. Position systématique

D'après Chenni (2016), la classification systématique de l'*O. Basilicum* est la suivante:

Règne : Plantae

Division : Magnoliophyta

Classe : Magnoliopsita

Ordre : Lamiales

Famille : labiaceae

Genre : Ocimum

Espèce :*Ocimum basilicum L.*

3.3. Description botanique

Le basilic est une plante herbacée annuelle de la famille des Lamiacées, mesurant jusqu'à 60 cm de haut. Ses tiges sont quadrangulaires et ramifiées, et portent des feuilles opposées de

forme ovale à oblongue, généralement de couleur verte avec un aspect brillant (Carron et al., 2004) et parfois pourpre violet chez certaines variétés. Les feuilles peuvent être entières ou dentées, et sont opposées sur la tige (OKBA et al., 2007). Les fleurs ont une couleur blanche ou rose, et forment des épis au sommet de la tige (Mahmoudi, 1988).



Figure 5 : présentation du *Ocimum basilicum*(MORIGANE, 2007 ;Lucchesi, 2005).

3.4. Utilisation

Le basilic (*O. basilicum*) fait partie des plantes médicinales, et ses feuilles séchées ainsi que son huile essentielle sont utilisées dans l'industrie alimentaire comme ingrédients aromatisants. Le basilic est couramment utilisé pour traiter certaines affections telles que la fièvre, les inflammations, les maux de ventre, les flatulences et la constipation, et il est également utilisé comme agent antibactérien et antifongique (Sharafati-Chaleshtori, et al., 2018).

3.5. Composition

L'*Ocimum basilicum* L. contient divers métabolites secondaires tels que les huiles essentielles, à des teneurs variant entre 0,5% et 1,5%. On peut retrouver dans les huiles essentielles des composés tels que le 1,8 cinéole, l'eugénol, le méthyl chavicol, le linalol et l'estragol. En plus de cela, les feuilles de basilic contiennent également environ 5% de tanins, de l'acide oléanolique (0,17%), et une petite quantité d'acide ursolique. Elles contiennent également des protéines (14%), des glucides (61%), ainsi que des concentrations relativement élevées de vitamines A, B1, B2, C et E, ainsi que de l'acide rosmarinique (Ouibrahim, 2015).

4. Généralité sur la Citronnelle (*Cymbopogon citratus*)

4.1. Origine du plant

Cymbopogon citratus, également appelé citronnelle ou herbe citron, est une plante herbacée tropicale de la famille des Poacées (graminées) (Oyen, 1999). Elle est originaire du sud de l'Inde et du Sri Lanka, et est désormais largement cultivée dans les régions tropicales d'Amérique et d'Asie (Manvitha et Bidya, 2014).

Cette plante a été cultivée pendant plusieurs siècles en Asie du Sud et du Sud-Est, puis son usage a été repris en Amérique du Sud et centrale, à Madagascar, dans les îles voisines et en Afrique. Aujourd'hui, la citronnelle est cultivée et naturalisée dans toutes les régions tropicales et subtropicales, notamment dans le sud de la Fédération de Russie et le nord de l'Australie (Oyen, 1999).

4.2. Position systématique

Selon Cronquist (1981), la position systématique de la citronnelle est la suivante :

Règne : Plantae

Division : Tracheobinta

Classe : Liliopsida

Ordre : Cyperales

Famille : Poaceae

Genre : *Cymbopogon*

Espèce : *Cymbopogon citratus*.

4.3. Description

Cette plante appartient à l'ordre des Cyperales et à la famille des Poaceae. La citronnelle est une plante herbacée dotée de longues feuilles linéaires dressées, mesurant de 90 cm à 2 mètres de long, avec des bords rugueux et coupants, de couleur verte bleutée plutôt pâle. Les tiges sont creuses et bulbeuses à la base, et sont entourées par les gaines des feuilles. Cette plante est une vivace grâce à ses rhizomes (Ouled Dhaou et al., 2010).



Figure 6 : plante de *Cymbopogon citratus*(**ADOKO, 2017**).

4.4. Utilisation

La citronnelle est une plante largement utilisée en médecine ayurvédique pour traiter une variété de maladies. Elle est souvent prescrite pour les toux, les gripes, les gingivites, les maux de tête, la lèpre, le paludisme, les problèmes ophtalmiques, les pneumonies et les pathologies vasculaires. En outre, elle est reconnue pour ses propriétés détoxifiantes sur le foie, le pancréas, le rein, la vessie et le tractus digestif (**ADOKO, 2017**).

L'huile essentielle de citron est couramment utilisée pour ses propriétés antiseptiques et anti-inflammatoires. Elle contient du géraniol, ce qui lui confère des propriétés antivirales, anti-infectieuses et anti-inflammatoires (**KOUDE, 2021**). Il est également utilisé dans l'industrie agroalimentaire Comme antiseptique ou arôme, dans le parfum et en pharmacie (**MIKOLO, 2020**).

4.5. Composition chimique

La composition chimique du *C. citratus* varie en fonction de la zone géographique dans laquelle il pousse. Les molécules les plus fréquemment retrouvées sont les terpènes d'hydrocarbures, les alcools, les cétones, les esters et surtout les aldéhydes. Le *C. citratus* contient des ingrédients actifs tels que le Mycènes, qui est un antibactérien et un analgésique, le citronellal, le citronellol et le géraniol. L'huile essentielle est principalement composée de citral, une huile volatile au fort parfum de citron (**Shah et al., 2011**).

**Présentation de
nanoparticules d'oxyde de
zinc**

1. Introduction

La nanotechnologie est une technologie innovante jouant un rôle essentiel dans divers domaines des sciences de la vie tels que la médecine, l'ingénierie, l'électronique, les produits pharmaceutiques, l'agriculture et l'industrie alimentaire. Dans les méthodes agricoles, les nanoparticules (NPs) sont utilisées comme nano-pesticides pour le contrôle des insectes, les herbicides, les fongicides, etc. Cependant, il existe également des études qui révèlent les effets toxiques des NPs sur différents organismes malgré leur utilisation généralisée (Eskin et al., 2019). Les nano particules d'oxyde de zinc (Zno NPs) sont les plus courantes parmi les autres nano particules.

2. Définition

L'oxyde de zinc est un composé inorganique de formule moléculaire ZnO. Il apparaît sous forme de poudre blanche et est presque insoluble dans l'eau. La poudre de ZnO est largement utilisée comme additif dans de nombreux matériaux et produits, notamment la céramique, le verre, etc. (Sabir et al., 2014).

3. Synthèse chimique de nanoparticules d'oxyde de zinc

Il est possible de synthétiser des nanoparticules d'oxyde de zinc en utilisant différentes techniques, telles que la pulvérisation pyrolytique, la décomposition thermique, l'épitanaxie par jet moléculaire, le dépôt chimique en phase vapeur et l'ablation laser (Sabir et al., 2014).

4. Utilisation

Les nanoparticules d'oxyde de zinc (nZnO) sont des nanoparticules de métal et d'oxyde semi-conducteur largement utilisées dans le domaine biomédical en tant que médicament anticancéreux, outil d'imagerie des systèmes biologiques et également en cosmétique. En raison de ses propriétés antimicrobiennes et fongicides, il est utilisé dans l'industrie alimentaire et l'agriculture (Abbasalipourkabir et al., 2015).

Les nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO NPs) ont un fort potentiel en agriculture pour promouvoir le taux de germination des graines, la croissance et le développement des plantes, ainsi que pour leurs propriétés fongicides et bactéricides. Des recherches ont également rapporté les effets insecticides des ZnO NPs (Gutiérrez-Ramírez et al., 2021).

Partie II

Partie Pratique

Matériel et Méthodes

2. Matériel

1.3. Matériel de laboratoire

Afin de réaliser les bios essais, nous avons utilisé le matériel listé ci-dessous (figure 7).

- ❖ Des boîtes de pétri (9cm) en plastique pour réaliser les tests de répulsion et de contact.
- ❖ Des bocaux en verre (50ml), coton et du fil pour réaliser les tests de inhalation;
- ❖ Une balance de précision.
- ❖ Une pipette graduée (2 ml de volume).
- ❖ Une micropipette (100µl Volume) pour la préparation des concentrations.
- ❖ Du papier filtre pour réaliser les tests de répulsion et, spatule;
- ❖ De tween 80 pour dilution des huiles essentielles;
- ❖ Appareil à ultra sons pour aider à dissoudre les nanoparticules.

1.4. Matériel biologique

1.4.1. Tribolium rouge de la semoule

L'étude a été menée sur des individus adultes des *Tribolium castaneum*, qui est un ravageur des denrées stockées. Obtenue à partir des élevages en masse.

1.2.2. Huile essentielle

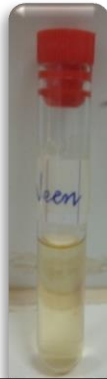
Au cours de cette étude, d'huiles essentielles quatre plantes (*Mentha ×piperita*, *Syzygium aromaticum*, *Cymbopogon citratus*, *Ocimum basilicum*) ont été testés pour évaluer l'effet de chacun afin de choisir l'huile essentielle la plus efficace contre *Tribolium brun* de la semoule (*Tribolium castaneum*). Ces huiles essentielles sont obtenues sur le marché local.

1.2.3. Nanoparticules de d'oxyde de zinc (ZnO NPs)

Les nanoparticules de ZnO sont offrit par Dr. BERRANI Djamel, enseignant-chercheur au département de chimie à l'université de l'Oued. Ces particules sont préparées par la synthèse verte à partir des feuilles de palmier dattier (*Phoenix Dactylifera* L.). Les détails de la procédure de préparation sont décrits par Barani (2020).



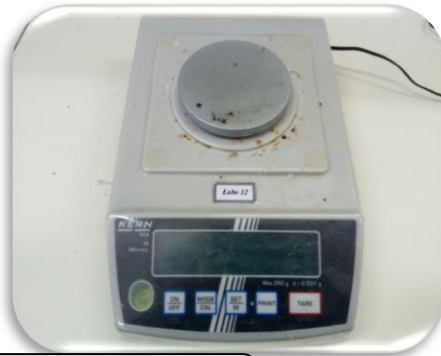
Boite pétri en plastique



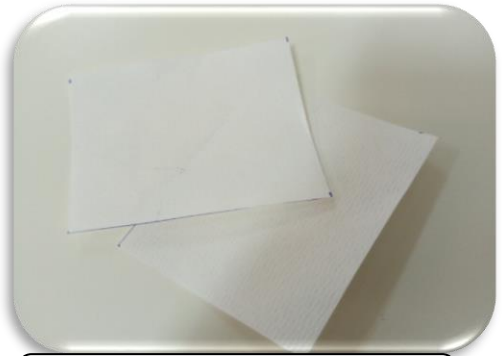
Tween



Bocal en verre



Balance



Papiers filtres



Pipette graduée



Micropipette



Huiles essentielles



Zno



Appareil à ultra sons

Figure 7 : Matériel utilisé au laboratoire pour les différents tests (Originale,2023).

3. Méthodes

2.1. Elevage en masse

Pour obtenir un grand nombre d'individus adultes, vingt spécimens de *Tribolium castaneum* de tous âges sont ajoutés aux flacons d'élevage contenant de la semoule de blé (figure 8). Les conditions de température et d'humidité relative sont maintenues constantes à $30^{\circ}\text{C} \pm 5$ et $60\% \pm 10$ respectivement, afin de favoriser une croissance et une reproduction optimales des insectes.



Figure 8 : Elevage de masse de *T. castaneum* (Originale, 2023).

2.2. Préparation des concentrations de traitement

Pour les tests préliminaires, une goutte de Tween est utilisée en tant qu'agent dispersant et émulsifiant avec $100 \mu\text{l}$ d'huile essentielle. Ensuite, le mélange est dilué dans 10 ml d'eau distillée pour chacun des quatre types d'huiles lors des trois tests. La concentration obtenue est de l'ordre de 1%.

Parmi les quatre huiles essentielles testées, le plus efficace est testé dans différentes concentrations (0 ; 0,1 ; 0,5 et 1%).

Les expériences finales sont réalisées en ajoutant 100 ppm de ZnONPs à $100 \mu\text{l}$ de la solution préparée précédemment avec un pourcentage de 5%.

2.3. Bioessais sur les adultes de *T. castaneum* en utilisant quatre huiles essentielles

Pour tester de formulation d'insecticide à base de huiles essentielles (*Menthe poivrée*, *Basilic*, *Citronnelle*, *clous de girofle*) sur la *Tribolium castaneum* nous avons réalisé trois tests de toxicité par inhalation, répulsion et contact.

2.3.1. Tests par inhalation

Ce test consiste à étudier l'effet des quatre huiles essentielles sur l'adulte de *Tribolium castaneum* par inhalation (Figure 9), et pour cela nous avons suivi le protocole expérimental :

- Au niveau la face interne de couvercle des bocaux en verre de 50ml volume une masse de coton attaché à un fil est suspendus à l'aide d'un bande d'adhésive ;
- Les cotons imprégnés dans une goutte de tween suivie un dose d'huile essentielle (100µl);
- Dans chaque bocal 5 adulte de *T.castaneum* sont introduits, qui est fermé hermétiquement ;
- En revanche, le témoin (non traité) est réalisé ne reçoit qu'une goutte de Tween;
- 3 répétitions son réalisé pour chaque huile et pour le témoin ;
- Le dénombrement des Individus morts soumis à l'expérimentation et ce après les temps d'exposition de 1h, 2h, 3h, 4h, 6h, 24h, 48h, 72h.

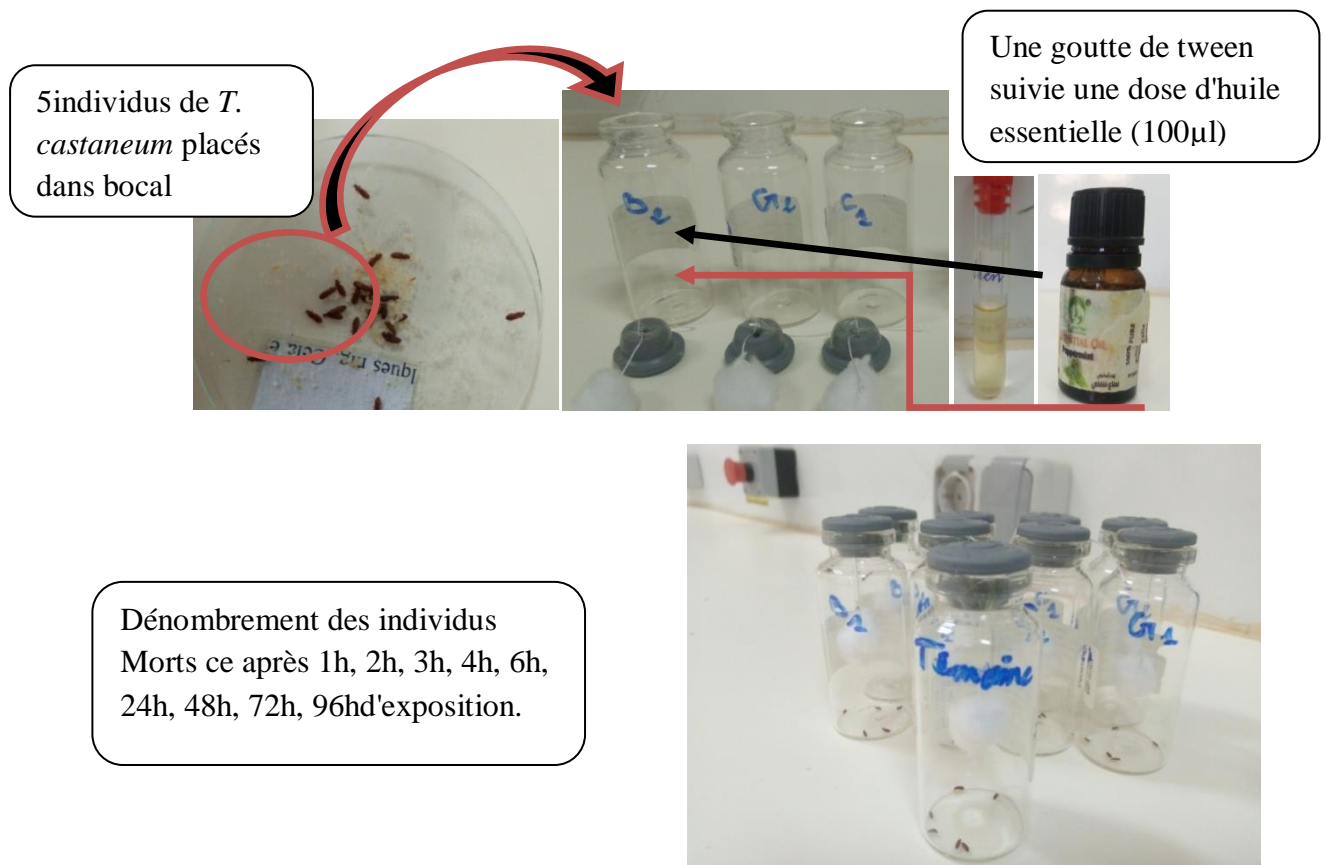


Figure9 : Dispositif expérimental du test par inhalation.

2.3.2. Test par répulsion

Le but principale de ce test est savoir l'effet des quatre l'huiles essentielles est répulsive pour les adulte de *T.castaneum* en utilisation la méthode de la zone préférentielle sur papier filtre (Figure 10). Pour le réaliser nous avons suivi les étapes suivantes :

- Découpage en deux parties moitié égales des disques de papier filtre un diamètre égal au diamètre de la boîte de pétri ;
- Les première moitié est traitée avec une goutte de tween et l'autre moitié reçoit au 100100 μ l d'huile essentielle ;
- Les papiers filtre est reconstitué par une bande adhésive et placés dans une boîte pétri ;
- 7 adulte de *T.castaneum* sont ensuite introduit au centre de la boîte de pétri renfermé aussitôt ;
- Deux répétition ont été effectuées pour chaque huile ;
- On compte le nombre d'individus présent dans chacune des parties traitées et non traites après 1h, 2h, 3h, 48h, 24h et 48de la réalisation de l'expérience.

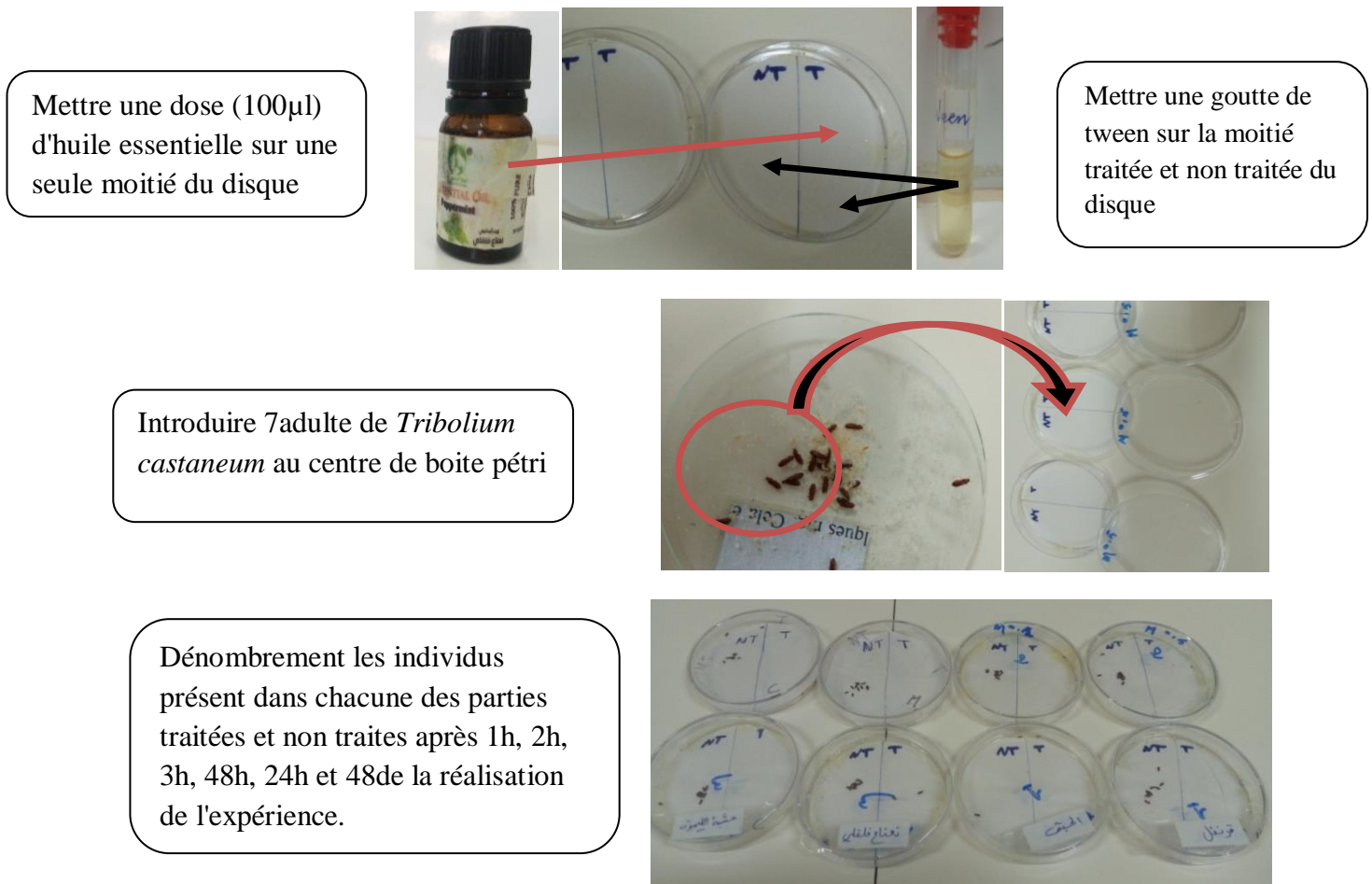


Figure10 :Dispositif expérimental du test de répulsion.

2.3.3. Test par contact

Ce test consiste à savoir l'effet insecticide de l'huile essentielle par contact sur les adultes de *T.castaneum* (Figure 11). Des poids de 2g de semoule introduites dans des boîtes de pétri sont traités aux quatre huiles essentielles, 100µl sont placés de chaque huile.

Sept individus de *T.castaneum* sont introduits dans chaque boîte de pétri. Parallèlement, un témoin non traité avec huiles essentielles est réalisé. Deux répétitions sont effectuées pour chaque huile.

Le dénombrement de tous les adultes morts pour chaque type d'huile est effectué jusqu'à la mort totale des individus, à des moments précis après l'exposition : 2h, 4h, 6h, 12h et 24h.

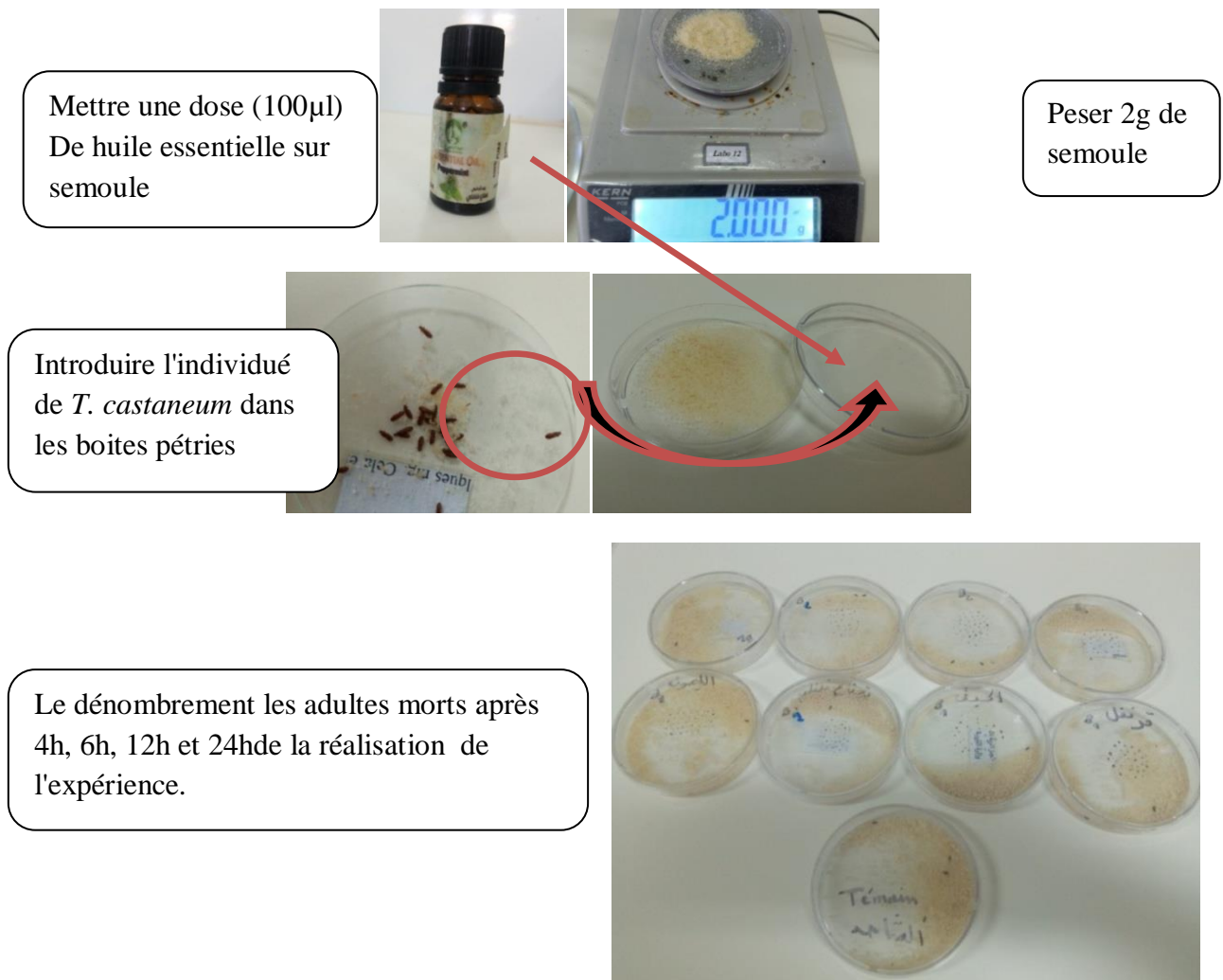


Figure 11 : Dispositif expérimental du test par contact.

2.4. Bioessais sur les adultes de *T. castaneum* utilisant ZnONPs

Afin d'évaluer la toxicité des particules nano de l'oxyde de zinc sur les adultes de *T. castaneum*, les expériences précédentes (voir page 23) ont été reproduites dans des conditions de laboratoire.

Résultat et Discussion

2. Résultats

1.2. Comparaison de l'efficacité des huiles essentielles

Par Inhalation :

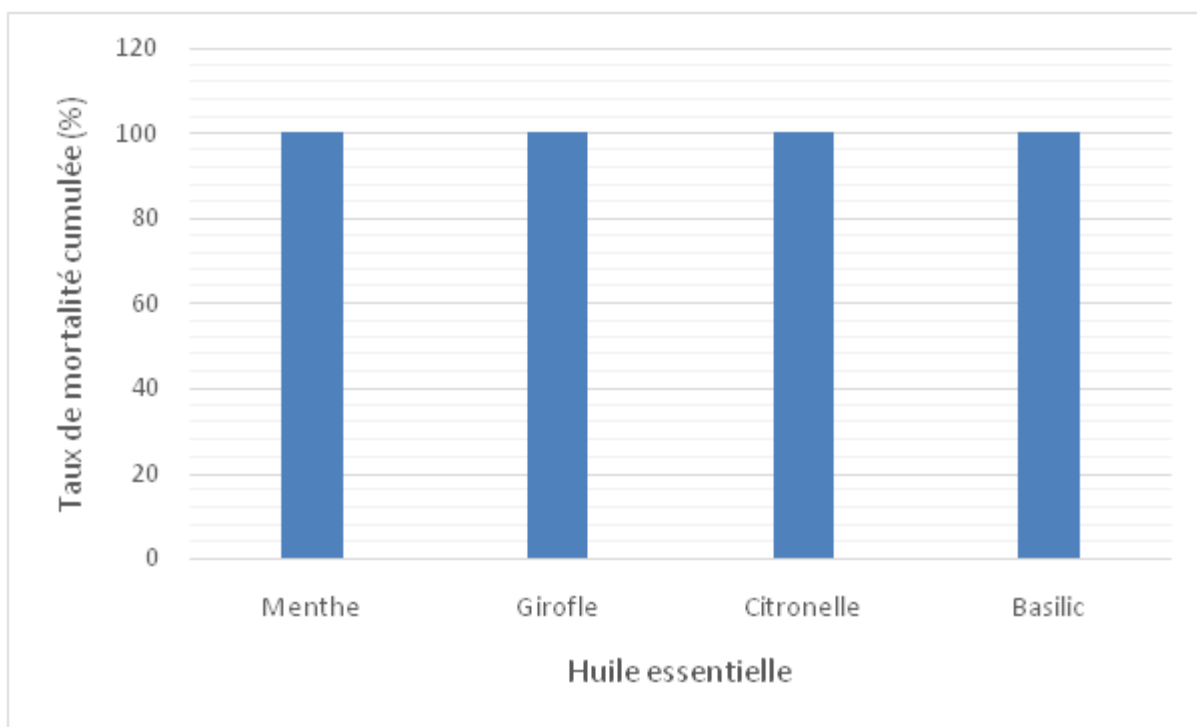


Figure 12 : Taux de mortalité des adultes de *Tribolium castaneum* traités par inhalation à une concentration 1% d'huiles essentielles.

Les résultats obtenus indiquent que l'exposition par inhalation à une concentration 1% d'huiles essentielles chez les adultes de *Tribolium* a entraîné une mortalité de 100 % après 24 heures (Figure 12).

Tableau 1 : Comparaison de l'efficacité des huiles essentielles par inhalation selon le temps létale 50 et 90.

Plante	paramètre	Temps (heurs)	Limite inférieure	Limite supérieure
Menthe	TL50	1,67	1,34	2,08
	TL90	2,86	2,29	3,56
Girofle	TL50	4,98	3,79	6,54
	TL90	11,35	8,64	14,90
Basilic	TL50	3,95	3,01	5,18
	TL90	9,52	7,25	12,49
	TL50	3,46	2,95	4,07

Citronnelle	TL90	5,31	4,52	6,25
--------------------	------	------	------	------

Les valeurs de TL50 et TL90 sont fournies pour clarifier le taux de mortalité des insectes, pour chaque type d'huile essentielle par rapport à la durée d'exposition.

Les résultats obtenus dans le tableau ci-dessus (Tableaux 1) confirment l'efficacité des huiles essentielles testées par inhalation.

L'huile essentielle de menthe poivrée a montré l'effet le plus important sur la *Tribolium*, avec une durée de 1,67 heure nécessaire pour tuer 50 d'individu. En revanche, les autres huiles ont montré des durées plus longues, soit 4,98 heures pour le girofle, 11,35 heures pour le basilic et 3,46 heures pour la citronnelle. De plus, les temps nécessaires pour tuer 90% du *T. castaneum* diffèrent d'une huile à l'autre, avec des valeurs respectives de 2,86 heures, 11,35 heures, 9,52 heures et 5,31 heures pour la menthe, le girofle, le basilic et la citronnelle.

Nous pouvons déduire que les huiles des plantes étudiées sont douées de propriétés insecticides significatives. Cependant cette toxicité est très variable selon l'espèce végétale la durée de traitement.

Par répulsion :

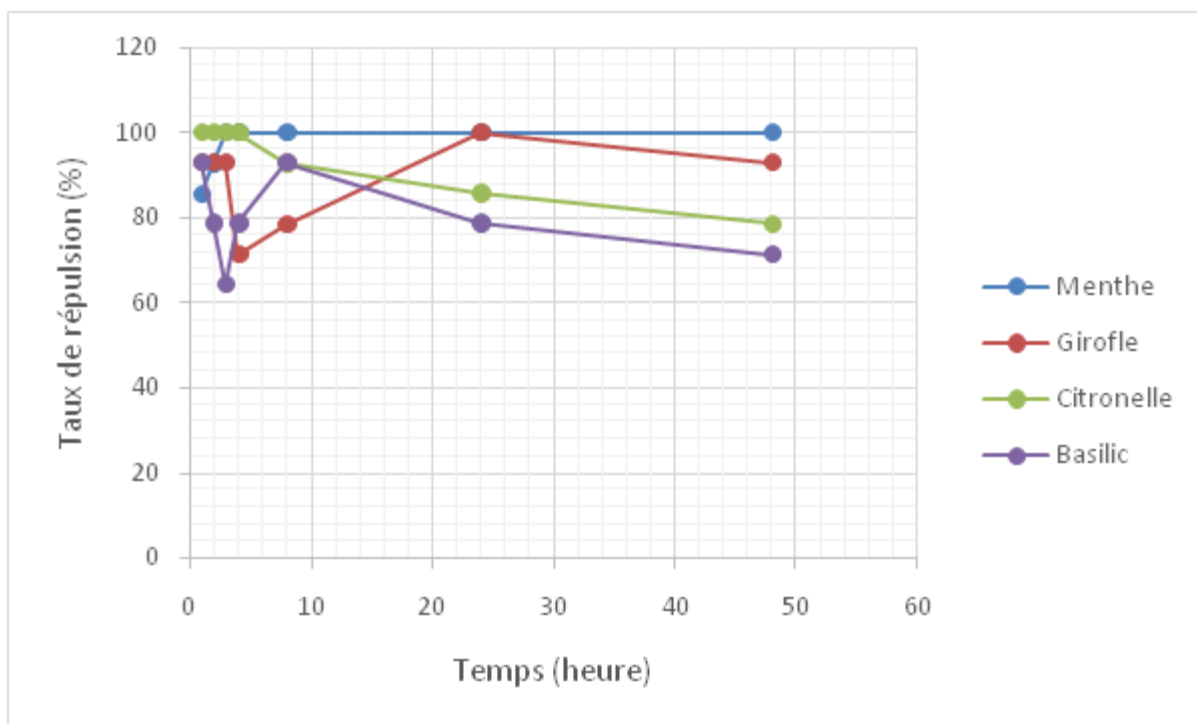


Figure 13 : Comparaison de l'effet répulsif des huiles essentielles à l'égard des adultes *T. Castaneum* après 50 heures d'exposition à une concentration 1%.

Les résultats montrent que le taux de répulsion varie d'un type d'huile à une concentration 1% (**Figure 13**). L'huile essentielle de menthe poivrée a montré un taux de répulsion très élevé par rapport aux autres huiles, atteignant un maximum de 100 % en 50 heures, suivie de l'huile essentielle de clou de girofle à 95 %, puis de l'huile essentielle de citronnelle à 79 % et enfin de l'huile essentielle de basilic à 65 %. Bien que les taux répulsifs soient relativement proches entre les quatre types d'huiles, ils ont tous démontré leur capacité à repousser les ravageurs des denrées stockées, bien que ces taux puissent varier avec le temps.

Il est important de noter que l'utilisation d'huiles essentielles comme répulsifs peut être une alternative naturelle et efficace pour protéger les denrées stockées contre les ravageurs, sans avoir recours à des produits chimiques nocifs pour l'environnement ou la santé. Cependant, des recherches supplémentaires sont nécessaires pour évaluer l'efficacité à long terme et la sécurité d'utilisation des huiles essentielles comme répulsifs.

Par contact :

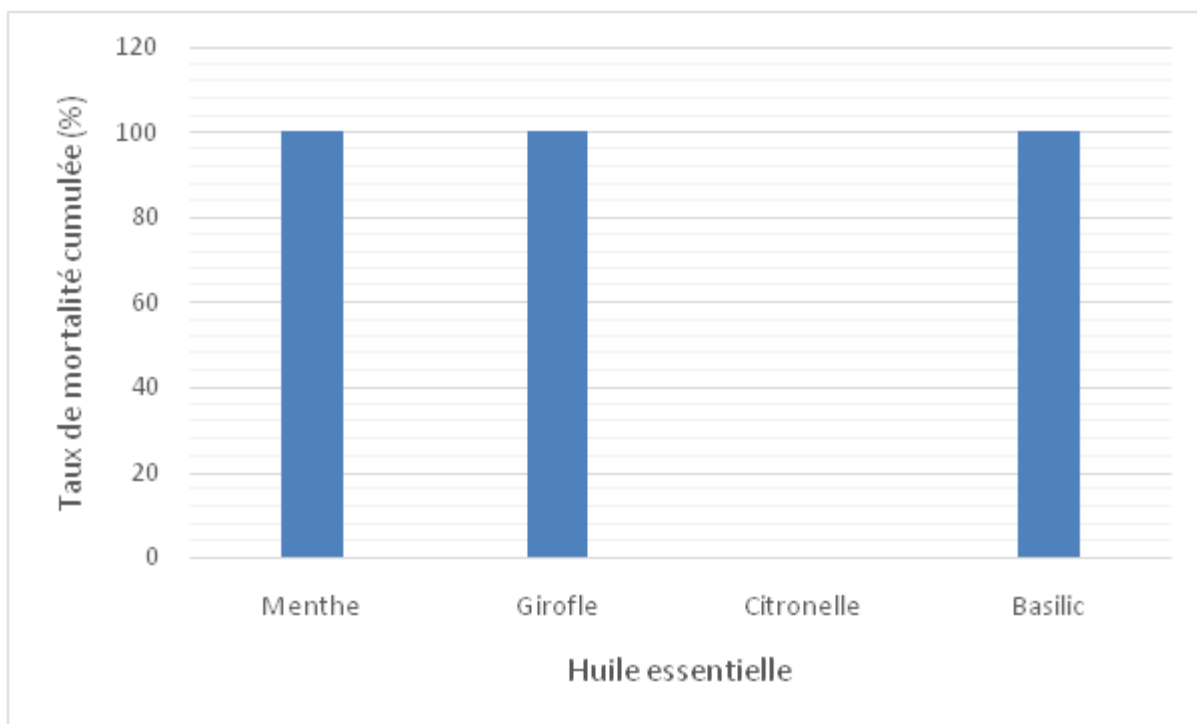


Figure 14 : Taux de mortalité des adultes de *Tribolium castaneum* traités par contact à une concentration 1% d'huiles essentielles.

Les résultats obtenus indiquent que l'exposition par contact à une concentration 1% d'huiles essentielles chez les adultes de *Tribolium castaneum* a entraîné une mortalité de 100 % après 24 heures, à l'exception de l'huile essentielle de citronnelle qui n'a montré aucun effet sur cette espèce d'insecte (**Figure 14**).

Tableaux 2: Comparaison de l'efficacité des huiles essentielles par contact selon les temps létales 50 et 90.

Plante	paramètre	Temps (heurs)	Limité inférieure	Limité supérieure
Menthe	TL50	2,83	1,96	4,07
	TL90	7,93	5,51	11,43
Girofle	TL50	73,01	25,84	206,30
	TL90	2000,02	707,84	5651,09
Basilic	TL50	73,01	25,84	206,30
	TL90	2000,02	707,84	5651,09
Citronnelle	TL50	-	-	-
	TL90	-	-	-

Les résultats présentés dans le tableau (Tableaux 2). Montrent les comparaisons entre les quatre huiles pour une concentration 1% administrée par ingestion à des adulte *Tribolium*.

Il a été constaté que la menthe poivrée montre effet toxique le plus rapide par rapport aux autres huiles essentielles testées, avec une valeur de TL50 de 2,83 heures, tandis que la durée nécessaire pour tuer 50 % des individus pour l'huile de girofle et l'huile de basilic était de 73,01 heures. En ce qui concerne l'huile de citronnelle, aucune réaction n'a été observée chez les adultes de *Tribolium* au fil du temps, ce qui signifie qu'aucune valeur de TL50 ou TL90 n'a été déterminée pour cette huile, et donc nous ne connaissons pas sa toxicité pour les insectes à partir de ces données. Il convient de noter que ces résultats sont des résultats expérimentaux et que les résultats peuvent varier en fonction des conditions expérimentales.

1.3. Effet huile essentielle de menthe poivrée

Afin de déterminer la CL50, nous avons tracé une droite de régression représentant le logarithme des concentrations testées en abscisse et les pourcentages de mortalité moyenne transformés en Probité en ordonnée (Figure 15, 16 et Tableaux 3, 4).

Par inhalation

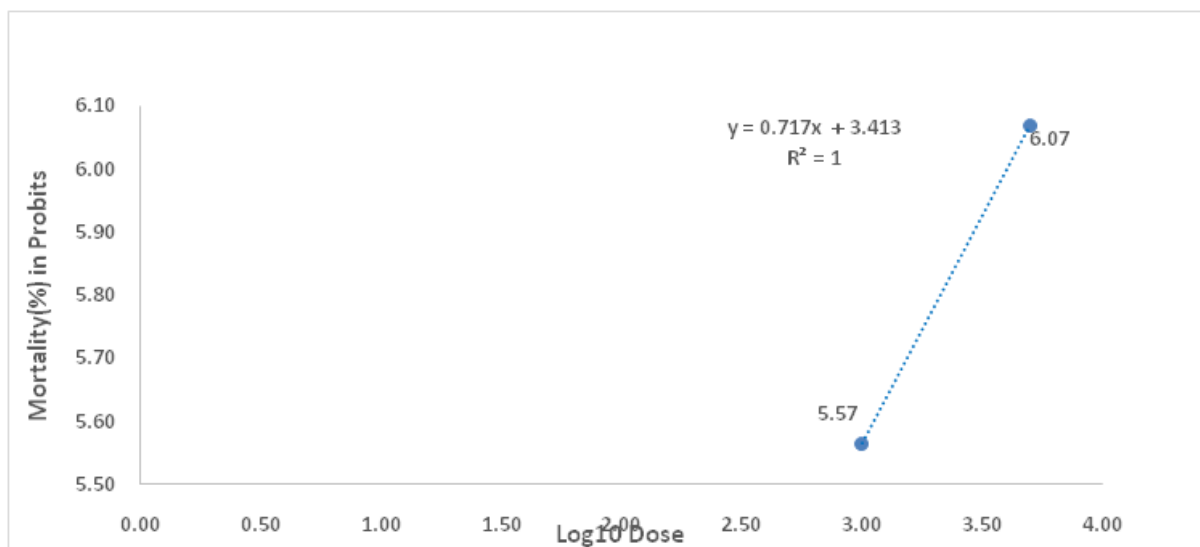


Figure 15: Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigées des adultes de *T. castaneum* en fonction du logarithme de la concentration à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par inhalation.

WORK._PROBIT_CURVE	
Slope	0.71765841
Intercept	3.412973592
R^2	0.880861801

Tableau 3 : Détermination des concentrations létales 50 (DL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de *T. castaneum* pour la concentration 1% par inhalation.

		Limite inférieure	Limite supérieure
CL50	162.7028883	28.88443565	916.4876954
CL90	9934.2616	1763.616755	55958.61644

L'efficacité de l'inhalation d'huile de menthe poivrée sur les adultes de *Tribolium castaneum* est présentée dans le tableau (3), où le taux de mortalité nécessaire pour tuer 50% des individus à une concentration létale CL50=162ppm après 24 heures d'exposition de la concentration de 1%.

Par contact

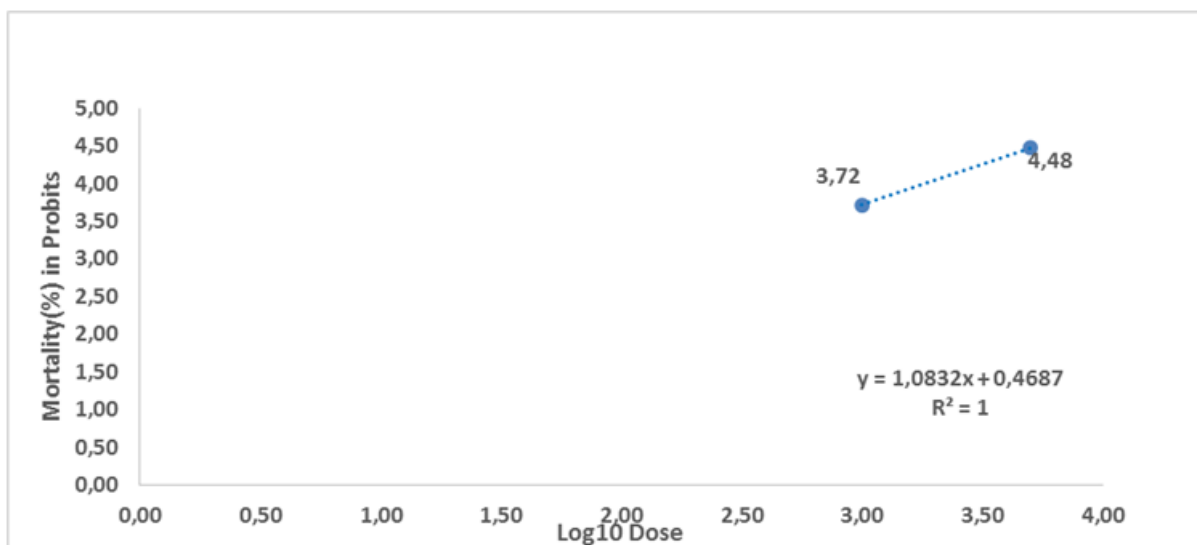


Figure16 : Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigées des adultes de *T. castaneum* en fonction du logarithme de la concentration 1% à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par contact.

WORK._PROBIT_CURVE	
Slope	1.083238262
Intercept	0.468733648
R^2	0.804710345

Tableau4 : Détermination de la concentration létale 50 (CL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de *T. castaneum* pour la concentration 1% par contact.

		Limite inférieure	Limite supérieure
CL50	15243.14216	5282.201992	80517.35591
CL90	232353.3831	43987.97763	670514.9965

Les valeurs de CL50 indiquées dans le tableau (4) représentent la dose à laquelle 50% des adultes de *Tribolium castaneum* sont tués après une exposition de 6 heures à une concentration de 1% d'huile de menthe poivrée. La concentration létale 50 calculée lors de l'essai d'ingestion était de CL=15243ppm.

Le tracé de la droite de régression est obtenu en utilisant le logarithme du temps d'exposition en abscisse et les pourcentages de mortalité transformés en probits en ordonnée, afin de déterminer la TL50 (Figure 17, 18, 19 et Tableaux 5, 6 et 7).

Par contact

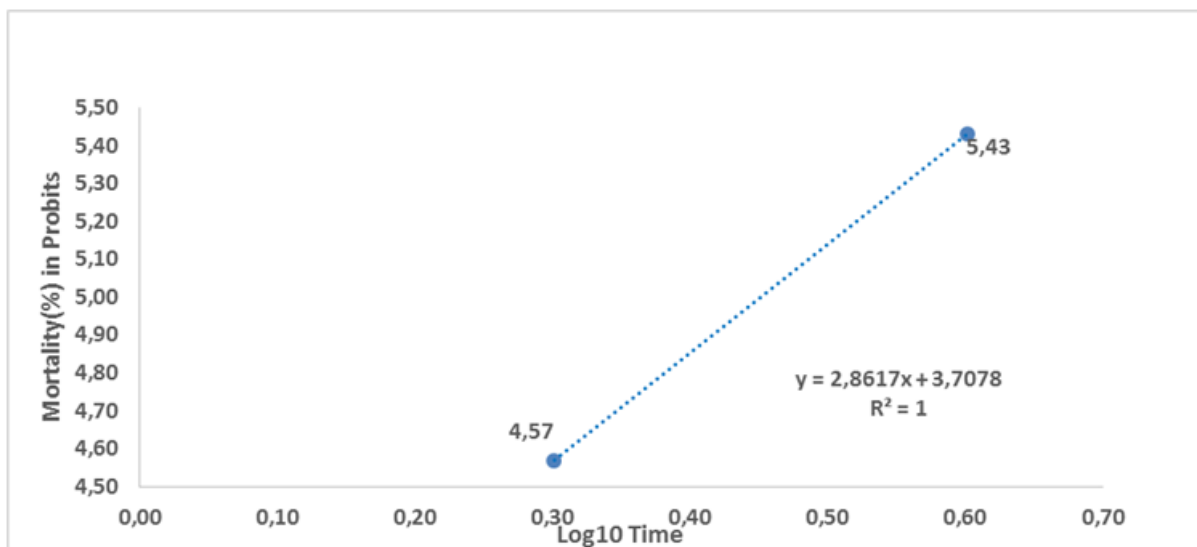


Figure 17: Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigées des adultes de *T. castaneum* en fonction du logarithme pour la concentration 1% à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par contact.

WORK._PROBIT_CURVE	
Slope	2.861690234
Intercept	3.707818102
R^2	0.967454197

Tableau5: Détermination de Temps létale 50 (TL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de *T. castaneum* pour la concentration 1% par contact.

		Limite inférieure	Limite supérieure
TL50	2.828427125	1.963287123	5.505719828
TL90	7.931864434	4.074798794	11.42711132

Le temps de mortalité qui tue 50% des individus de *Tribolium castaneum* soumis à l'expérience a été estimé dans les résultats du tableau (5). Les résultats obtenus lors de l'essai d'ingestion confirment que l'huile de menthe poivrée est hautement toxique pour les adultes de

Tribolium castaneum, avec une valeur de TL50 = 2 H après l'exposition à une concentration de 1%.

Par inhalation

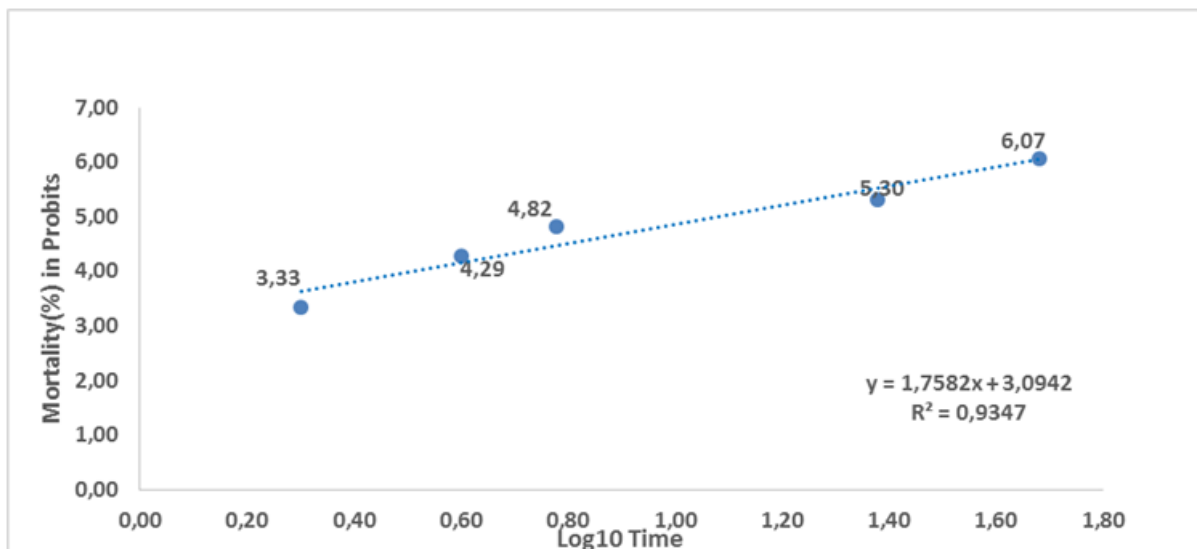


Figure18: Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigées des adultes de *T. castaneum* en fonction du logarithme pour la concentration 0,5% à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par inhalation.

WORK._PROBIT_CURVE	
Slope	1.721385778
Intercept	3.144941462
R^2	0.942971809

Tableau6 : Détermination de Temps létale 50 (TL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de *T. castaneum* pour la concentration 0,5% par Inhalation.

		Limite inférieure	Limite supérieure
TL50	11.95787904	7.286088133	40.45597914
TL90	66.396082	19.625191	108.9688051

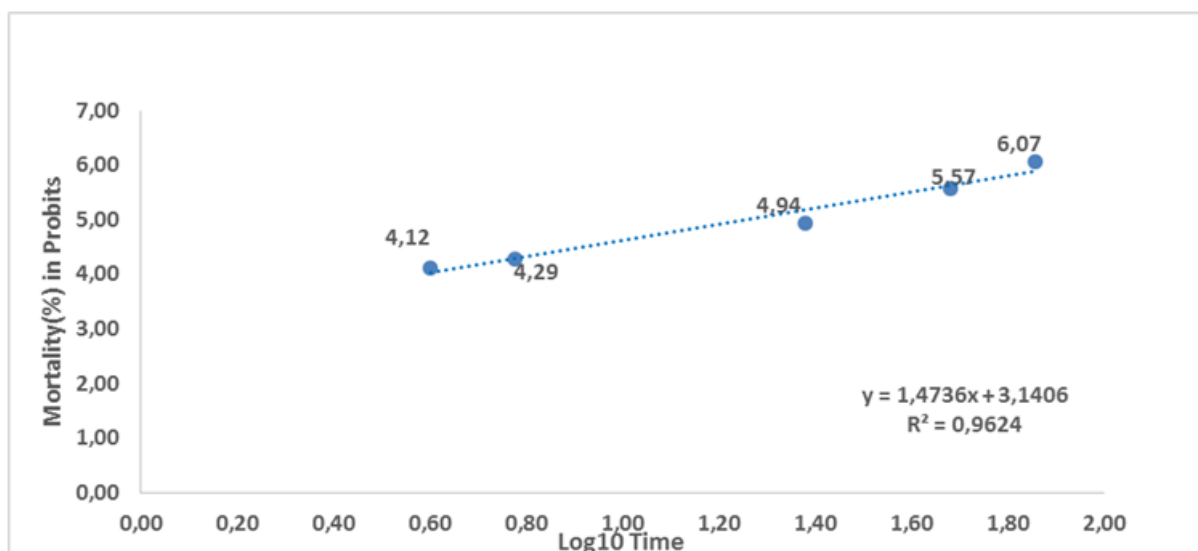


Figure 19: Ajustement d'une droite de régression des taux de mortalités corrigées des adultes de *T. castaneum* en fonction du logarithme pour la concentration 0,1% à l'action de l'huile essentielle de menthe poivrée par inhalation.

WORK._PROBIT_CURVE	
Slope	1.462792381
Intercept	3.151216533
R^2	0.953183724

Tableau 7 : Détermination de Temps létale 50 (TL50) de l'huile essentielle de menthe poivrée sur les adultes de *T. castaneum* pour la concentration 0,1% par Inhalation.

		Limite inférieure	Limite supérieure
TL50	18.36000416	10.81792461	81.328615
TL90	138.029591	31.16029783	234.2615572

En ce qui concerne le test d'inhalation, l'huile essentielle de menthe poivrée a montré un effet toxique dépendant de la concentration appliquée au fil du temps. Les résultats des tableaux (6) et (7) montrent que lorsque la concentration est de 0,5%, le temps nécessaire pour tuer 50% des individus de *T. castaneum* est de TL50=11 H, tandis que pour une concentration de 0,1%, le temps est plus long, TL50=18 H.

Les expériences menées avec des nanoparticules d'oxyde de zinc à une concentration de 100 ppm sur les adultes de *Tribolium castaneum* n'ont montré aucun effet significatif.

2. Discussion

Pour limiter l'utilisation des pesticides et des produits chimiques qui menacent la vie humaine et l'environnement contre les ravageurs de stockage et les contrôler en utilisant des moyens de protection naturels, nous avons testé quatre huiles essentielles sur des adultes de l'insecte *Tribolium castaneum*.

Les résultats que nous avons obtenus ont montré que les huiles essentielles testées ont un effet insecticide par inhalation, expulsion et contact, réduisant la durée de vie des adultes de manière significative avec le temps. L'huile essentielle de menthe poivrée (*Mentha piperita*) a montré un effet toxique plus élevé que les autres huiles essentielles testées à une dose de 100 μ l.

Nos résultats concordent avec les travaux de nombreux chercheurs qui ont mis en évidence l'action des huiles essentielles sur la longévité des ravageurs des denrées stockées.

2.2. Effet des huiles essentielles contre *T. castaneum*

2.1.1. Par inhalation :

Le test a été effectué par inhalation d'une dose de 100 μ l d'huiles essentielles pour évaluer le taux de mortalité des adultes de *Tribolium*. Les résultats obtenus ont montré que toutes les huiles testées ont un effet insecticide en causant la mort de tous les individus de *Tribolium* 24 heures après l'exposition. L'huile de menthe poivrée s'est avérée plus efficace, car elle a causé la mort des adultes après seulement 4 heures d'exposition, ce qui en fait la plus toxique par rapport aux autres huiles testées.

Les recherches menées par **Kedjem et Taharbouchth (2021)** ont révélé que l'huile essentielle de lentisque (*Pistacia lentiscus*) est responsable de 24% de mortalité chez *T. confusum* lorsqu'elle est administrée à la dose la plus élevée de 20 μ l, après une exposition de 24 heures. En revanche, l'huile essentielle de basilic (*Ocimum basilicum*) ne provoque qu'une mortalité moyenne de 19% à une dose de 20 μ l, après une exposition de 24 heures.

Selon les résultats des tests d'inhalation effectués sur les coléoptères adultes *Tribolium*, l'huile de menthe poivrée a eu un effet toxique plus important que l'huile de basilic, avec un taux de

mortalité de 100 % et 66 % respectivement, pour les deux huiles, après 4 heures à une dose de 100 μ l. le taux de mortalité pour l'huile de basilic de 100% après 24 heures.

En comparant les résultats obtenus avec les constatations mentionnées dans l'étude, nous remarquons que l'huile de menthe poivrée (*Mentha piperita*) et l'huile de lentisque (*Pistacia lentiscus*) sont plus toxiques que l'huile de basilic (*Ocimum basilicum*) par inhalation.

Une étude antérieure menée par **Benazzeddine (2010)** a montré que les huiles essentielles de thym et de menthe verte ont provoqué une mortalité de 100% sur *T.confusum*. Le romarin est arrivé en deuxième position avec un taux de mortalité de 97,37%, suivi de l'huile essentielle d'eucalyptus avec un taux de mortalité de 72,63%. Enfin, l'huile essentielle de citronnelle a montré le taux de mortalité le plus bas avec 52,26%.

Les résultats de cette étude menée par Ben Azzeddine, qui ont montré que l'huile de citronnelle était moins toxique que les autres huiles testées, concordent avec les résultats que nous avons obtenus en comparant l'huile de menthe poivrée à l'huile de citronnelle (*Cymbopogon citratus*). Les deux ont montré une toxicité de 100 % et 66 % respectivement, après 4 heures d'exposition par inhalation contre les adultes de l'insecte *Tribolium castaneum*.

Amrani (2017) ils ont montré un faible effet insecticide de l'huile essentielle des clous de girofle sur les adultes de *T. confusum*, par inhalation, à la plus forte dose de 0,6ml, avec un taux de mortalité de 10% pendant 24h.

On peut également démontrer l'effet toxique de la menthe poivrée (*Mentha piperita*) grâce aux résultats obtenus par **Koroghli (2018)** qui a observé un effet toxique très significatif sur les adultes de *R. dominica* par inhalation. En effet, les huiles essentielles de *R. officinalis* et de *M. piperita* ont entraîné une mortalité de 100% après 48 heures d'exposition à la dose la plus élevée de 12 μ l pour l'huile essentielle de *R. officinalis* et à une dose de 6 μ l pour l'huile essentielle de *M. piperita*.

Dans une étude menée par **Acheraïou et Kaced (2019)**, l'effet insecticide de deux huiles essentielles de menthe poivrée (*Mentha x piperita*) et de sauge officinale (*Salvia officinalis*) a été évalué par inhalation sur des adultes de *C. chinensis*. Les résultats ont montré que les deux huiles essentielles ont provoqué une mortalité de 95% à une dose de 8 μ l après 96 heures d'exposition.

Les taux et temps de mortalité des adultes dans nos expériences diffèrent de ceux obtenus précédemment, où la mortalité était de 100% après 4 heures. Cela est dû à la dose élevée que nous avons utilisée (100µl). Malgré cela, nos résultats ont montré des résultats similaires à ceux obtenus précédemment, avec l'huile essentielle de menthe poivrée démontré un effet toxique très élevé par inhalation avec une dose inhibitrice inférieure (8µl).

Une étude menée par **Goucem-Khelfane (2014)** sur neuf huiles essentielles extraites de plantes aromatiques a démontré que l'huile essentielle de menthe poivrée provoque une mortalité de 100% chez les adultes d'*A. Obtectus* après une exposition de 72 heures à une dose de 10µL.

Kellouche et al. (2010) ainsi que Aissat et **Berkane (2014)** ont tous deux démontré que l'huile essentielle de *Mentha piperita* avait un effet significatif sur la longévité des adultes de *Callosobruchus maculatus* et de *Bruchus rufimanus* à partir d'une dose de 10 µL.

Abdelli et al. (2016) ont constaté qu'une inhalation de l'huile essentielle de *Mentha pulegium* provoquait une mortalité de 100% chez les adultes de *Tribolium castaneum* et de *Sitophilus oryzae* exposés à des doses de 10 et 20 µL pendant 24 heures.

Nos résultats sont en accord avec ceux de **Berkane (2014)**, qui ont montré que l'huile essentielle de menthe poivrée a un effet insecticide par inhalation. En effet, dans les lots traités avec la dose la plus faible (40 µl), la mortalité des adultes de *B. rufimanus* augmente progressivement avec l'augmentation de la dose et du temps d'exposition, jusqu'à atteindre une mortalité totale 100% à la dose la plus élevée 100 µl après 6 heures d'exposition.

Nos résultats diffèrent de ceux obtenus par Berkane en termes de temps d'exposition nécessaire pour tuer les adultes de l'insecte. En effet, notre étude a montré que 4 heures d'exposition étaient nécessaires pour éliminer les adultes de *Tribolium castaneum*. Cette différence pourrait être due à la variété d'insecte utilisée dans notre étude, qui est différente de celle utilisée dans l'étude de Berkane.

Koroghli (2018) a confirmé l'efficacité insecticide de l'huile essentielle de menthe poivrée contre *R. dominica* par inhalation. Les résultats ont montré que tous les adultes exposés à des doses de 2µL, 4µL, 6µL et 8µL ont été tués après 48 heures d'exposition, ce qui représente un taux de mortalité de 100%.

Une étude menée par **Majdoub et al. (2014)** a testé l'activité de l'huile essentielle de *Rutachalepensis* sur les adultes et les larves de *T. castaneum*. Différentes doses ont été utilisées (25, 50, 100 et 200 µl/l air) pendant 3, 6 et 24 heures d'exposition. Les résultats ont montré que le taux de mortalité maximum chez les adultes était de 60%, atteint à la dose de 200µl après 24 heures d'exposition.

Comparant les résultats de cette étude à ceux obtenus précédemment, il a été démontré que l'huile essentielle de *Mentha piperita* est plus toxique que l'huile essentielle de *Ruta chalepensis* pour les adultes de *T.castaneum*. Le taux de mortalité maximum chez les adultes de *T.castaneum* exposés à l'huile de menthe poivrée a causé une mortalité de 100% chez les adultes exposés à une dose de seulement 100µl après 4 heures d'exposition par inhalation.

Ce que l'on peut également conclure, c'est que la différence entre l'étude que nous avons mentionnée et l'étude précédemment citée peut être due à la différence de sensibilité de *T. castaneum* à l'égard de ces deux huiles essentielles, est due à la résistance de cette espèce à certains composés de ces HEs. Et cela est dû à la différence des composés chimiques des deux huiles essentielles.

D'après **Raja et al. (2001)**, les huiles essentielles de *Mentha arvensis*, *M. piperita* et *M. spicata* ont une activité insecticide significative sur *C. maculatus F.* par inhalation.

Cependant, l'efficacité de ces huiles varie en fonction de la dose utilisée, de la composition chimique de l'huile essentielle et du comportement du ravageur.

Abadlia et Chebbour (2014) ont rapporté que l'huile essentielle de menthe poivrée contient principalement du menthol (38,51%), de la menthone (23,01%) et du 1,8-cinéole (3,65%). Ces composés pourraient être responsables de l'effet létal élevé de cette huile sur la bruche chinois.

Plusieurs auteurs ont souligné que la différence de composition chimique entre les huiles essentielles est un facteur important qui influe sur leur activité insecticide. Par exemple, **Koul et al. (2007)** ont évalué l'effet insecticide de plusieurs composés tels que le trans-anéthol, le thymol, le 1,8-cinéole, le carvacrol, le terpinéol et le linalol à une concentration de 300 µl/l contre *Tribolium castaneum*. Ils ont constaté que le trans-anéthol était le seul composé qui avait un effet significatif contre cet insecte, tandis qu'il était moins sensible aux autres composés testés.

D'après **Obeng et al. (1997)**, plusieurs insectes nuisibles aux denrées stockées, tels que *Tribolium confusum*, *Tribolium castaneum*, *Sitophilus oryzae* et *Callosobruchus maculatus*, ont été sensibles aux propriétés insecticides de plusieurs composés, notamment du 1-8-cinéol, de l'inalol, de l'eugénole, de l'alpha-terpinéol et du cymol.

2.1.2. Par répulsion :

Une étude approfondie a été menée sur l'effet répulsif des huiles essentielles à grande échelle sur les ravageurs des denrées stockées.

Plusieurs auteurs ont rapporté l'effet répulsif, comme en témoigne par exemple **Goucem-Khelfane (2014)** a mené des tests pour évaluer l'effet répulsif de neuf huiles essentielles de plantes aromatiques contre *A. obtectus*. Les résultats ont montré que les huiles essentielles de *M. piperita*, *Laurus nobilis*, *Lavandula angustifolia*, *Citrus reticulata* et *Citrus aurantium* ssp. bergamia sont répulsives, avec des taux respectifs de 73,75 %, 71,25 %, 63,75 %, 63,75 % et 61,78 %. Les huiles essentielles de *Thymus satureioides*, *Eucalyptus globulus* et *Citrus limonum* sont quant à elles modérément répulsives, avec des taux respectifs de 53,75 %, 51,25 % et 43,75%.

Des recherches menées par **Kellouche et al. (2010)** ont également révélé que les huiles essentielles de *Mentha officinalis*, *M. piperita* et *Melaleuca vidiflora* sont répulsives envers *C. maculatus*.

Les résultats obtenus sont cohérents avec les résultats précédents. En effet, l'huile essentielle de *Mentha x piperita* a montré un taux de répulsion très élevé par rapport aux trois autres huiles essentielles testées. Elle a atteint un taux de répulsion de 100 % à une dose de 100 microlitres après 3 heures d'exposition. Les huiles essentielles de girofle, de citronnelle et de basilic ont quant à elles montré des taux de répulsion respectifs de 95 %, 79 % et 65 %.

Selon **Aggoun et Hassani (2003)**, l'efficacité de l'huile essentielle de menthe poivrée sur la longévité des adultes du bruché du haricot *A. obtectus* varie en fonction de la dose utilisée. Ils ont observé une mortalité de 100 % chez les adultes exposés à une dose de 6µl dans les premières 24 heures.

Dans résultats de l'étude **Achraïou et Kaced (2019)**, Les huiles essentielles de menthe poivrée et de sauge officinale ont toutes deux montré une activité répulsive contre les adultes de *C. chinensis*. Les taux de répulsion ont augmenté avec l'augmentation de la concentration

d'huile essentielle. Le taux moyen de répulsion pour l'huile essentielle de menthe poivrée était de 65 %, tandis que pour l'huile essentielle de sauge officinale, le taux moyen de répulsion était de 42,5%.

Il est possible d'expliquer le taux de répulsion élevé de l'huile essentielle de menthe poivrée par rapport aux autres huiles essentielles en se basant sur la composition chimique de cette huile qui contient des molécules ayant une forte activité répulsive.

Il est possible de confirmer cette affirmation en se basant sur les résultats de l'étude menée par **Aggarwal et al. (2001)**. Ils ont constaté que le 1,8 cinéol est modérément répulsif contre trois coléoptères ravageurs des denrées stockées, à savoir *C. maculatus*, *T. castaneum* et *Sitophilus oryzae*, avec une moyenne de 64 % à 74 % à la dose la plus élevée testée de 4µL/ml pendant une heure. En revanche, le menthol, qui est le principal composant de l'huile essentielle de menthe poivrée, est fortement répulsif, avec des taux moyens de répulsion compris entre 82 % et 100 % à une dose de 0,353 mg/cm² vis-à-vis de *C. maculatus*, *R. dominica*, *Sitophilus oryzae* et *T. castaneum*.

Selon **Kheloul et al. (2019)**, l'huile essentielle de *L. spica* et son principal composant, le linalol, ont montré des effets répulsifs sur les adultes de *T. confusum*. Même à des doses fortement diluées, l'huile essentielle de *L. spica* était fortement répulsive pour *T. confusum*.

Selon **Kellouche et al. (2010)**, les huiles essentielles de plusieurs plantes aromatiques sont riches en différents terpènes tels que le camphène, le 18-linalol, l'alpha-Thuyone, l'isochysantenone et le bêta-Thuyone, qui leur confèrent des propriétés insecticides. Ces composés sont connus pour leur activité biocide et répulsive contre de nombreux ravageurs des denrées stockées.

Bounoua-Fraoucene et al. (2019) ont mené une étude sur l'effet répulsif de quatre huiles essentielles appartenant à la famille des *Lamiacées*. Les résultats ont montré que l'activité répulsive varie en fonction de l'espèce nuisible ciblée et que cette activité augmente significativement avec l'augmentation de la dose utilisée. Selon cette étude, les huiles essentielles d'*Ocimum basilicum* et de *Mentha piperita* sont modérément répulsives contre les adultes de *Rhyzopertha dominica*, l'huile essentielle d'*O. Basilicum* est répulsive avec un taux de répulsion de 60,8 %, tandis que celle de *M. piperita* est modérément répulsive avec un taux de répulsion de 28%.

Les résultats de cette étude diffèrent de ceux que nous avons obtenus, où le taux de répulsion de l'huile essentielle de menthe poivrée était beaucoup plus élevé (100 %) que celui de l'huile essentielle de basilic (65 %) contre les adultes de *T. castaneum*.

Il semble que les adultes de *Rhyzopertha dominica* soient moins sensibles à l'huile essentielle de menthe poivrée que les adultes de *Tribolium*, comme l'ont montré les résultats de l'étude mentionnée précédemment.

D'après les résultats de **Goucem-Khelfane (2014)**, les huiles essentielles de *L. spica* et de *M. piperita* ont montré des taux de répulsion de 73,75 % et 71,25 % respectivement contre les adultes d'*A. Obtectus*.

Selon les résultats de **Roy et al. (2005)**, l'huile essentielle extraite de Lastron bâtard (*Blumea lacera*) de la famille des *Asteraceae* a montré une répulsion de 55,7 % vis-à-vis de *R. dominica* et de 55,34 % vis-à-vis de *Sitophilus oryzae*.

D'autres huiles essentielles comme celle de *Cinnamomum zeylanicum* (*Lauraceae*) et *D'Eucalyptus citriodora* (*Myrtaceae*) se sont révélées très répulsives à l'égard de *C. maculatus* avec des taux de répulsion respectifs de 90% et 86,6%. Les huiles essentielles de *Mentha officinalis*(*Lamiaceae*), *M. piperita*(*Lamiaceae*), *Citrus mendurensis* (*Rutraceae*) et *Melaleuca vidiflora* (*Myrtaceae*) se sont montrées répulsives vis-à-vis de *C. maculatus*, alors que les huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus* (*Myrtaceae*), *Myrtus communis* (*Myrtaceae*), *Pogostemonn cablin* (*Lamiaceae*) et de *Cupressus sempervirens* (*Cupressaceae*) ont été modérément répulsives (**Kellouche et al., 2010**).

Selon Aliane et **Imrazene (2020)**, l'huile essentielle de menthe pouliot a montré un taux moyen de répulsion de 35 % à une dose de 0,5 µl, qui a augmenté progressivement pour atteindre une valeur maximale de 85 % à une dose de 1,5 µl.

En comparant les résultats, il est clair que l'huile essentielle de menthe poivrée a un taux de répulsion plus faible que l'huile essentielle de menthe pouliot. En effet, l'huile essentielle de menthe poivrée a montré un taux de répulsion de 100 % à une dose de 100 µl, alors que l'huile essentielle de menthe pouliot a montré un taux de répulsion de seulement 85 % à une dose de 1,5 µl.

En outre, il y a des différences entre les résultats obtenus dans nos propres expériences et ceux rapportés par **Ko et al. (2009)**, qui ont évalué l'activité répulsive de l'huile essentielle de *Litsea cubeba* contre *Sitophilus zeamais* Motschulsky et *Tribolium castaneum* (Herbst).

Pour *T. castaneum*, la répulsion était presque persistante, avec un taux de répulsion de 100 % observé à partir de la plus faible concentration à la plus élevée à partir de 2 à 3 heures après l'application.

Lorsque les expériences ont été appliquées sur la même espèce d'insecte, à savoir *T. castaneum* adulte, il est clair que le taux de répulsion de l'huile essentielle de *Litsea cubeba* était beaucoup plus élevé que le taux de répulsion de l'huile essentielle de menthe poivrée que nous avons utilisée dans nos expériences.

Des études similaires ont été menées sur d'autres ravageurs des denrées stockées. Par exemple, **Aïboud et al. (2011)** ont montré que les huiles essentielles extraites de trois espèces de la famille des *Myrtaceae*, à savoir *Syzygium aromaticum*, *Eucalyptus smithii* et *Pimentaracemosa*, ont un effet répulsif important sur l'insecte *Callosobruchus maculatus*. Lorsqu'elles ont été utilisées à des doses de 5, 10, 15 et 20 µl diluées dans 0,5 ml d'acétone, ces huiles ont donné respectivement des taux de répulsion de 86 %, 86 % et 87 % après une demi-heure d'exposition.

De même, **Taleb-Toudert (2015)** a constaté que les huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus*, d'*Eucalyptus radiata* et de *Salvia officinalis* ont montré les taux de répulsion les plus élevés sur les adultes de *Callosobruchus maculatus*, avec un taux de 100 % à une dose de 12 µl.

Kishan et al. (2001) ont rapporté que l'huile essentielle d'*Artemisia annua* est modérément répulsive vis-à-vis de trois coléoptères des denrées stockées, à savoir *Callosobruchus maculatus*, *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus oryzae*. Les résultats ont montré une répulsion moyenne de 65 % à 74 % pour une dose testée de 4 µl/ml pendant une heure.

Selon **Taib (2015)**, *R. officinalis* a enregistré un taux de répulsion significatif de 95 % contre *A. obtectus* à une dose de 8 µl, après une exposition de 30 minutes.

2.1.3. Par contact :

Dans une étude menée par **BENAZZEDDINE en 2010**, l'effet insecticide des huiles essentielles de menthe poivrée sur *Tribolium confusum* a été évalué. Les résultats ont montré que les huiles essentielles ont entraîné une mortalité de 100% après 24 heures de traitement par contact.

Alors que **Mohamed et al. (2015)** ont réalisé des tests avec l'huile essentielle de clou de girofle contre le *Tribolium confusum* par contact, la mortalité variait de 15% à 89% en fonction des doses et du temps. Les premiers décès ont été observés 24 heures après le traitement.

En comparant les résultats des deux études avec ceux que nous avons obtenus sur des adultes de *T. castaneum*, il a été constaté que l'huile essentielle de menthe poivrée avait un effet toxique plus élevé que celle de clou de girofle. L'utilisation de l'huile essentielle de menthe poivrée a entraîné un taux de mortalité de 100 %, tandis que celui de l'huile essentielle de clou de girofle était de 50 % avec une dose de 100µl par contact après 6heures.

Norman en 2017 a démontré l'effet toxique du *Mentha piperita* sur les adultes de *B. rufimanus*, une espèce de bruche qui s'attaque aux graines de fèves. Les résultats ont montré que de faibles doses de l'huile essentielle de *M. piperita* (0,5µl et 1µl) ont entraîné des taux de mortalité moyens de 100% après 24 heures d'exposition.

Par contre l'huile essentielle des clous de girofle testée sur *Rhyzopertha dominica* par contact à une dose de 30µl a causé une mortalité de 100% après 24heures de traitement(**Houidef et Harrats, 2019**).

Ceci explique que l'insecte *T. castaneum* est moins sensible à l'huile essentielle de clou de girofle que l'insecte *Rhyzopertha dominica*.

Selon l'étude menée par **Mahrech et Fertoul**, Les résultats des taux de mortalité deux insectes en fonction des doses administrées par contact montrent que l'huile essentielle de *Mentha piperita* a un effet insecticide plus élevé sur *Rhyzopertha dominica* par rapport au *Tribolium castaneum*.

D'après l'étude de **CASIDA en 1990**, l'efficacité des huiles essentielles contre le *T. confusum* et *T. castaneum* dépend de la composition de l'huile brute et de la sensibilité de l'insecte.

Taleb-Toudert (2015) a montré qu'à la dose de 8µl de l'huile essentielle d'*Ocimum basilicum*, les adultes de *C. maculatus* vivent en moyenne 5h, au-delà de cette dose (12µl et 16µl), tous les individus adultes meurent après une heure.

Quant à nos expériences, elles ont montré que la dose létale pour les adultes de *T. castaneum* avec l'utilisation de l'huile d'*Ocimum basilicum* était de 100µl après 24 heures.

Divers auteurs ont souligné l'importance de la variation des composés chimiques présents dans les huiles essentielles sur leur activité insecticide. Par exemple, **Koul et al. (2007)** ont évalué l'effet insecticide de différents composés tels que le trans-anéthol, le thymol, le 1,8-cinéole, le carvacrol, le terpinéol et le linalol à une concentration de 300 µl/L contre *Tribolium castaneum*. Seul le trans-anéthol a montré un effet significatif contre cet insecte, tandis qu'il semblait être moins sensible à la plupart des autres composés. De même, **Chaubey (2012)** a testé l'activité insecticide de deux composés purs, l' α -pinène et le β -caryophyllène, contre les larves et les adultes de *Tribolium castaneum*, et les résultats ont montré que le β -caryophyllène était le plus efficace contre cet insecte.

Ces informations suggèrent que l'effet des huiles essentielles peut varier selon les espèces d'insectes, et peut avoir des effets différents sur les différentes espèces en fonction de leurs compositions uniques.

Les huiles essentielles de menthe poivrée affectent les *Tribolium castaneum* à des degrés variables en fonction de la concentration appliquée et de la durée d'exposition. C'est ce que montrent les résultats auxquels nous sommes parvenus, où la valeur CL50 = 162ppm dans le test d'inhalation était proche de celle obtenue par **Moloud et al. (2013)**, le traitement par inhalation avec des huiles essentielles de *Mentha pulegium* a entraîné une CL50 de 165,5 µl/l pour *Tribolium Castaneum*.

Effectivement, dans l'étude menée par **Koroghli (2018)**, il a été démontré que l'huile essentielle de menthe poivrée provoque une toxicité élevée par inhalation sur la *Rhyzopertha dominica*, avec une faible CL50 (CL50 = 0,83 µl). Cette différence dans les résultats peut s'expliquer par la variation des concentrations appliquées ainsi que par le type d'individus soumis aux expériences.

Et c'est ce que **Mahrech, H. et Fertoul, F.** a expliqué dans son étude, les valeurs de CL50 évaluées à l'aide de droites de régression révèlent un effet toxique par inhalation sur les deux insectes, avec une valeur de CL50 de 0,15 µl/cm³ pour *Rhyzopertha dominica* au deuxième

jour et de 0,029 $\mu\text{l}/\text{cm}^3$ pour *Tribolium castaneum* au troisième jour. Ces effets toxiques sont dus aux principes actifs volatils contenus dans l'huile essentielle de *T. capitatus*.

D'après **Arezzo et al. (2019)**, l'inhalation de l'huile essentielle de *Mentha pulegium* a provoqué des taux de mortalité de 86,03% chez les *Tribolium castaneum* après un traitement de 72 heures, avec une CL50 de 7,93 $\mu\text{l}/\text{ml}$.

M. piperita présente aussi une toxicité par inhalation à l'égard des adultes de *Tribolium castaneum* avec une CL 50 égale à 48,68 μl (**Rajkumar et al., 2019**).

D'autre part, le test par contact a montré que la concentration létale pour 50% des individus (CL50) de *Tribolium castaneum* était de 15243, ce qui est une valeur élevée par rapport au test d'inhalation. Cela signifie que l'huile de menthe poivrée est plus toxique par inhalation que par contact. Comme l'a montré **Barbouch et al. (2015)**, l'action des huiles essentielles de *Mentha pulegium* a été évaluée en utilisant le traitement par fumigation sur les adultes de *Tribolium castaneum*. Les concentrations létales ont été estimées à CL50 = 121,8 μL à une dose de 0,15 ml/cm^3 . A partir de ces résultats on peut conclure, la méthode d'application des huiles essentielles sur les insectes peut affecter leur efficacité et leur toxicité dans la lutte contre ces derniers.

L'étude menée par **Abid en 2019** a montré que les taux létalité des adultes de *T. castaneum* traités avec deux huiles essentielles ont une TL50 de 51,28 heures pour *G. alypum* et une TL50 de 81,28 heures pour *E. globulus*. En comparant les résultats de cette étude avec ceux de notre étude, nous constatons que l'huile de *M. pipetera* était plus toxique par inhalation que les deux huiles testées dans l'étude précédente. En effet, le taux léthal des adultes (LT50) était de 11 heures et 18 heures respectivement pour des concentrations différentes de 0,5% et 0,1%.

D'après **Karahacane (2015)**, les valeurs de TL50 de l'huile essentielle de *Mentha pulegium* contre les adultes de *Tribolium castaneum* par inhalation correspondent à 1 à 2 jours.

2.2. Effet des nanoparticules d'oxyde de zinc contre *T. castaneum*

En raison des caractéristiques uniques des nanoparticules, telles que leur petite taille, leur grande surface et leurs propriétés optiques particulières, de nombreuses études ont été menées pour tester leur activité en tant qu'insecticides, y compris les nanoparticules d'oxyde de zinc.

Dans nos expériences, nous avons testé la toxicité de ce type de particules par contact direct à une dose de 100ppm sur des adultes de *Tribolium castaneum* dans des conditions de laboratoire.

En **2021**, **Halal et al.** ont étudié l'effet des particules nanométriques d'oxyde de zinc (ZnO NPs) par contact direct sur des adultes de *Tribolium castaneum*. Les résultats ont montré des taux de mortalité élevés de 25,13%, 27,63% et 33,96% à des concentrations respectives de 0,5, 1 et 2 grammes pendant une période d'exposition de 5 jours. Alors que dans nos expériences en laboratoire, le taux de mortalité des adultes de *T. castaneum* était nul en raison de la faible concentration que nous avons utilisée sur ces individus.

Cela suggère que l'efficacité des nanoparticules en tant qu'insecticides peut dépendre de plusieurs facteurs, tels que la dose, la durée d'exposition et la méthode d'application.

Comme l'a montré **Haroun et al. (2020)** dans leur étude, ont rapporté que les nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO NPs) et les nanoparticules de silice hydrophile (SiO₂ NPs) ont causé une forte mortalité chez les adultes de *Sitophilus oryzae*, *T. castaneum* et *Callosobruchus maculatus* à haute concentration.

D'après **Abd-El-Salam et al. (2015)** ont comparé les particules de ZnO et Al₂O₃ et ont constaté que les particules nanométriques de zinc étaient très efficaces pour contrôler *Tribolium castaneum* par rapport à Al₂O₃.

Selon **Goswami et al. (2010)** ont étudié l'efficacité de différents types de nanoparticules, à savoir les nanoparticules d'argent (SNP), d'oxyde d'aluminium (ANP), d'oxyde de zinc et de dioxyde de titane, dans la lutte contre le charançon du riz, *Sitophilus oryzae*. Dans leur étude, ils ont réalisé des tests biologiques dans lesquels ils ont préparé des formulations solides et liquides des nanoparticules susmentionnées, puis les ont appliquées sur du riz et les ont placées dans une boîte en plastique avec 20 adultes de *S. oryzae* et ont observé les effets pendant 7 jours. Il a été rapporté que les SNP hydrophiles étaient les plus efficaces le premier jour. Le deuxième jour, plus de 90 % de mortalité ont été obtenus avec SNP et ANP. Après 7 jours d'exposition, une mortalité de 95 % et 86 % a été rapportée avec les SNP hydrophiles et hydrophobes, et près de 70 % des insectes ont été tués lorsque le riz a été traité avec SNP lipophile. Cependant, une mortalité de 65 % a été observée dans le cas de l'oxyde de zinc.

La différence d'efficacité des nanoparticules est due aux tailles des nanoparticules, aux revêtements, aux concentrations, aux temps d'exposition, et le mécanisme de leur effet est

généralement dû à leur adhérence à la surface ou à leur pénétration à travers l'exosquelette de l'insecte, ce qui entraîne une diminution de sa perméabilité membranaire (**Jiang et al., 2015**).

Conclusion Générale

Conclusion

Ce travail de recherche nous a permis de contribuer à l'évaluation de l'efficacité des pesticides à base d'huiles essentielles contre les ravageurs de stockage tels que *Tribolium castaneum*. Il fournit une série d'éléments qui peuvent être considérés comme un support pour trouver des alternatives aux produits chimiques contre ces ravageurs.

Notre recherche a permis d'évaluer l'efficacité biologique de quatre huiles essentielles de menthe poivrée, de clou de girofle, de basilic et de citronnelle, par rapport aux adultes de *Tribolium*.

Les résultats que nous avons obtenus ont montré que les huiles testées ont des effets toxiques sur les adultes de *Tribolium*, qui varient en fonction de la nature de l'huile essentielle, de la concentration utilisée et de la durée d'exposition. L'huile essentielle de menthe poivrée a montré une efficacité et une toxicité élevées pour éliminer les individus utilisés dans les tests d'inhalation, de répulsion et d'ingestion, avec des concentrations et des temps létaux mortels estimés à 50% de LC50 = 162ppm à 1% de concentration et TL50 = 11H, TL50 = 18 H à 0,5% et 0,1% respectivement dans le test d'inhalation. L'efficacité élevée de cette huile essentielle est due à sa composition chimique basée sur le menthol et le menthone.

Nous avons également mené des tests en utilisant des nanoparticules d'oxyde de zinc pour évaluer leur efficacité en tant qu'insecticide contre *Tribolium castaneum*. Cependant, ces particules n'ont montré aucun effet sur ces individus en raison de la concentration utilisée, qui n'a enregistré aucun taux de mortalité sur les adultes de *Tribolium castaneum*.

À la lumière de tous ces résultats auxquels nous sommes parvenus, il est important de noter que les résultats des études sur l'effet des huiles essentielles sur les insectes nuisibles peuvent varier en fonction de nombreux facteurs, tels que l'espèce d'insecte, la dose utilisée, la durée d'exposition, les conditions environnementales, l'origine et la qualité de l'huile essentielle, etc. Par conséquent, il est essentiel de prendre en compte les résultats de plusieurs études et de réaliser des tests sur le terrain pour évaluer l'efficacité réelle des huiles essentielles dans la lutte contre les populations d'insectes nuisibles dans des conditions réelles et pour déterminer les doses optimales à utiliser.

Il est également important de réaliser d'autres études et expérimentations sur l'efficacité des composés nanométriques et qui ont le potentiel d'être utilisés comme des insecticides efficaces pour lutter contre les ravageurs de stockage en raison de leurs propriétés physiques

et chimiques spécifiques. De plus, les composés nanométriques peuvent être produits à partir de matériaux naturels ou synthétiques, ce qui leur confère un large éventail de propriétés insecticides. Cependant, il est important de souligner que les effets des composés nanométriques sur les organismes non-ciblés, la santé humaine et l'environnement doivent être étudiés attentivement avant leur utilisation à grande échelle.

Il est essentiel de transférer les expériences de laboratoire les plus efficaces et les plus impactantes vers l'environnement sur le terrain pour aboutir à des études intégrées applicables dans des conditions réelles.

Références bibliographiques

ABADLIA, M., & CHEBBOUR, A. (2014).étude des huiles essentielles de la plante *Mentha piperita* et tester leurs effets sur un modèle biologique des infusoires. Mémoire présentée à l'université de costantine1, faculté de science et de la nature, (2013/2014).

Abbasalipourkabir, R., Moradi, H., Zarei, S., Asadi, S., Salehzadeh, A., Ghafourikhosroshahi, A., ... & Ziamajidi, N. (2015). Toxicity of zinc oxide nanoparticles on adult male Wistar rats. Food and chemical toxicology, 84, 154-160.

Abd El-Aziz, S. E. (2011).Control strategies of stored product pests. J. Entomol, 8(2), 101-122.

Abd-El-Salam, S. A.; Hamzah, A. M. and El-Taweelah, N. M.(2015). Aluminum and Zinc Oxides Nanoparticles as a New Method In Controlling the Red Flour Beetle, *Tribolium castaneum* (Herbest) Compared to Malathion Insecticide. International Journal of Scientific Research in Agricultural Sciences, 2(Proceedings), pp. 001-006.

Abid, S. (2019). Effet insecticide des huiles essentielles de *Eucalyptus globulus L.* et *Globularia alypum L* sur *Tribolium castaneumHerbest*. Mémoire de Master, Université de Carthage, Tunisie, p. 31.

Acheraiou, A., & Kaced, N. (2019).Repellent activity of *Mentha piperita* and *Salvia officinalis* essential oils against adults of *Ceratitis chinensis* (Diptera: Tephritidae). Journal of Materials and Environmental Science, 10(4), 322-328.

Acheraiou, L., & Kaced, S. (2019).Activité insecticide des huiles essentielles de la menthe poivrée et de la sauge officinale sur la bruche chinoise (*Callasobruchus chinensis L.*) (Coleoptera: Chrysomelidae). Mémoire de Master, Université Mouloud Mammeri, Algérie.

Afkar, S., Karimzadeh, G., Jalali-Javaran, M., Sharifi, M., & Behmanesh, M. (2013). Influence of methyl jasmonate on menthol production and gene expression in peppermint (*Mentha X piperita L.*). Journal of Medicinal plants and By-product, 2(1), 75-82.

Aggarwal K.K., Tripathi A.K., Ahmad A., Prajapati V., Verma A. and Khanuja S.P.S. (2002). Insecticidal activity of some essential oils against larvae of *Spodoptera litura*. Fitoterapia, 73(6), pp. 472-477.

Aggoun N. Et Hassani S., (2013). Etude de l'effet insecticide de l'huile essentielle de la menthe poivrée *Mentha piperita* et de la sauge *Silvia officinalis* sur le bruche du haricot *Acanthoscelides obtectus* Say. Mémoire d'ingénieur en biologie. UMMTO, 52p.

Ahmad, S., Aqil, F., & Owais, M. (2006). Modern phytomedicine: turning medicinal plants into drugs. John Wiley & Sons.

Alzogaray, R. A., Lucia, A., Zerba, E. N., & Masuh, H. M. (2010). Fumigant and repellent properties of essential oils and component compounds against Permethrin-resistant *Pediculus humanus capitis* (Anoplura: Pediculidae) from Argentina. Journal of medical entomology, 47(3), 387-394.

Amer, A., Mehlhorn, H., & Al-Rasheid, K. A. S. (2006). Botanicals in mosquito control: effect of aqueous extracts from leaves and seeds of neem tree (*Azadirachta indica*) on mosquito larvae. Parasitology research, 99(3), 353-358.

Amrani, T. (2017). Etude de l'effet bio-insecticide de l'huile essentielle de clous de girofle (*Eugenia aromatica*) vis-à-vis d'un ravageur des denrées stockées (coléoptères, Ténébrionidae) *Tribolium confusum*.

Ansari, M. A., Vasudevan, P., & Tandon, M. (2000). Mosquito larvicidal properties of essential oil vapours. Journal of the American Mosquito Control Association, 16(4), 282-284.

Arab, R. (2018). Effet insecticide des plantes *Melia azedarach* L. et *Peganum harmala* L. sur l'insecte des céréales stockées *Tribolium castaneum* Herbst: Coleoptera, tenebrionidae (Doctoral dissertation).

Arezoo, H., Orouj, V., & Negahban, Mehrkhou, F. (2019). Efficacy of *Mentha pulegium* essential oil nanoromulation on mortality and physiology of *Tribolium castaneum* (Col: Tenebrionidae) protection plante, 8(4), 501-520.

Berrani, D. (2020). Optimisation des conditions opératoires de synthèse verte de nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait des feuilles de *Phoenix Dactylifera* L., Thèse de doctorat. Université Mohamed Khider – Biskra.

Barbouch, N., Hamidi, S., & Mehamed, A. (2015). Activité insecticide de plusieurs huiles essentielles tunisiennes contre deux principaux ravageurs des céréales stockées *Rhyzoperta dominica* (Fabricius, 1792) et *Tribolium castaneum* (Herbst). Vol. 66, Article 05(7331 B).

- Baudoux, D. (2002).** L'aromathérapie: se soigner par les huiles essentielles. Amyris.
- Beigi, M., Torki-Harchegani, M., & Ghasemi Pirbalouti, A. (2018).** Quantity and chemical composition of essential oil of peppermint (*Mentha × piperita* L.) leaves under different drying methods. International Journal of Food Properties, 21(1), 267-276.
- Belkadi, N., & Hadj-Ali, I. (2016).** Etude morphométrique et essai de germination des graines de jujubier (*Zizyphus lotus*) provenant du sud Algérien. Extraction et dosage de 3 classes de flavonoïdes et estimation de l'effet de la poudre des fruits vis-à-vis de *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae) (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
- Benabdellah, A., & Chaabane, R. (2017).** Etude écophysio-logique, développement et importance des plantes médicinales du genre *Mentha* dans le Parc National d'El-Kala (Nord-Est Algérie) (Doctoral dissertation, Université Frères Mentouri-Constantine 1), 13.
- Benelli, G., & Pavela, R. (2018).** Plant essential oils for pest and disease management. Crop Protection, 110, 1-3.
- Benazzedine, M.; (2010).** Activités insecticides de cinq huiles essentielles vis-à-vis de *Sitophilus oryzae* (coléoptera, curculionidae) et *Tribolium confusum* (Coleoptera, Tenebrionidae). Ecole nationale supérieur agronomique El-Harrach d'Alger-ingénieur d'état en science agronomique.
- Bhatia, V., & Bhargava, R. (2017).** Insecticidal activity of essential oils against mosquito larvae (*Culex quinquefasciatus*). Journal of Parasitic Diseases, 41(2), 367-371.
- Bounechada, M., & Arab, R. (2011).** Effet insecticide des plantes *Melia azedarach* L. et *Peganum harmala* L. sur *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae).
- Bounoua-Fraoucene S., Kellouche A., et Debras J.F., (2019).** Toxicité de quatre huiles essentielles vis-à-vis de deux insectes ravageurs des grains stockés, *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera : Bostrychidae) et *Sitophilus Oryzae* (Coleoptera : Curculionidae). J. Afri. Entomogy, 27(2) : 344-359.

- Camara, A. (2009).** Lutte contre *Sitophilus oryzae* L.(Coleoptera: Curculionidae) et *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae) dans les stocks de riz par la technique d'étuvage traditionnelle pratiquée en basse-guinée et l'utilisation des huiles essentielles végétales (Doctoral dissertation, Université du Québec à Montréal).
- Carron, C. A. (2004).** Essai de variétés de basilic en montagne. Revue suisse de viticulture, arboriculture et horticulture, 36(1), 51-55.
- Charles, D. J., & Charles, D. J. (2013).**Peppermint. Antioxidant Properties of Spices, Herbs and Other Sources, 469-475.
- Chaubey, M. K., & Kumar, N. (2016).** Efficacy of plant essential oils as insecticides against larvae of *Aedes aegypti* L.(Diptera: Culicidae). Journal of Parasitic Diseases, 40(3), 834-840.
- Chenni, M., El Abed, D., Rakotomanomana, N., Fernandez, X., & Chemat, F. (2016).** A comparative study of essential oils extracted from Egyptian basil leaves (*Ocimum basilicum* L.) using hydro-distillation and solvent-free microwave extraction. Molecules, 21(1), 95.
- Christine E., (2001).** L'utilisation des huiles essentielles dans la lutte contre les insectes ravageurs alimentaires.
- Cruz J., Troude F. (1988).** Conservation des grains en régions chaudes. Techniques rurales en Afrique : Collection du Ministère de la Coopération et du Développement.CEEMAT/CIRAD, Montpellier '548 p.
- CSEKE, L.J. ET .KAUFMAN P., (1992).**How and why these compounds are synthesized by plants. Pages 37-90 in P.B. KAUFMAN, L.J. CSEKE, S. WARBER J.A. DUKE et H.L. BRIELMANN (eds.), Natural Products from Plants. CRC Press, Boca Raton, FL.
- Delobel, A., & Tran, M. (1993).** Les Coléoptères des denrées alimentaires entreposées dans les régions chaudes (Vol. 32). IRD Editions. p275,277.
- dos Santos, D. D. G., e Silva, R. R., de Barros, C. M., Nepomuceno-Silva, J. L., Nunes-da-Fonseca, R., & da Silva, J. R. (2022).**Regeneration of the midgut during larval stages of the red flour beetle *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797) upon fasting. Journal of Stored Products Research, 98, 102003.

Eskin, A., Öztürk, Ş., & Körükçü, M. (2019). Determination of the acute toxic effects of zinc oxide nanoparticles (ZnO NPs) in total hemocytes counts of *Galleria mellonella* (Lepidoptera: Pyralidae) with two different methods. *Ecotoxicology*, 28, 801-808.

Fleurat-Lessard, F., (2002). Qualitative reasoning and integrated management of the quality of stored grain: a promising new approach. *Journal of Stored Products Research*, 38, 191-218.

García M., Donadel O. J., Ardanaz C.E., Tonn C.E., et Sosa M.E. (2005). Toxic and repellent effects of *Baccharis salicifolia* essential oil on *Tribolium castaneum*. *Pest Management Science*, 61, pp 612-61.

Ghedira, K., Goetz, P., & Le Jeune, R. (2010). *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & Perry (Myrtaceae) Giroflie. *Phytothérapie*, 8(1), 37-43.

Godon, B., & Willm, C. (1991). Les industries de première transformation des céréales.

Goucem-Khelfane K. (2014). Etude de l'activité insecticide des huiles essentielles et des poudres de quelques plantes à l'égard de la bruche du haricot *Acanthocelides obtectus* Say (Coleoptera, Chrysomelidae, Bruchinae) et comportement de ce ravageur vis-à-vis des composés volatils de différentes variétés de la plante hôte (*Phaseolus vulgaris*). Thèse de Doctorat en Biologie, UMMTO, Tizi Ouzou, Algérie, 144p.

Gutiérrez-Ramírez, J. A., Betancourt-Galindo, R., Aguirre-Uribe, L. A., Cerna-Chávez, E., Sandoval-Rangel, A., Ángel, E. C. D., ... & Hernández-Juárez, A. (2021). Insecticidal effect of zinc oxide and titanium dioxide nanoparticles against *Bactericera cockerelli* Sulc. (Hemiptera: Triozidae) on tomato *Solanum lycopersicum*. *Agronomy*, 11(8), 1460.

Hamdani, A., & Djenane, M. (2012). Insecticidal activities of essential oils from leaves of different plants against larvae of *Ephestia kuehniella* (Zeller). *Journal of Food Agriculture and Environment*, 10(3&4), 304-307.

Haroun, A.S.; Elnaggar, M.E.; Zein, D.M. and Gad, R.I. (2020). Insecticidal efficiency and safety of zinc oxide and hydrophilic silica nanoparticles against some stored seed insects. *Journal of Plant Protection Research* 60 (1), 77-85.

Hilal, S. M., Mohamed, A. S., Barry, N. M., & Ibrahim, M. H. (2021, November). Entomotoxicity of TiO₂ and ZnO Nanoparticles Against Adults *Tribolium*

Castaneum(Herbest)(Coleoptera: Tenebrionidae). In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* (Vol. 910, No. 1, p. 012088). IOP Publishing.

HUANGY.,HOS.,LEE.H.C.etYAPY.L.,2002-

Inseaicidaipropemesofcugcnolisoeugenolandmethyleugenolandtheireffectonnutritionof*Silop hUus*

Jiang, X.; Miclăuș, T.; Wang, L.; Foldbjerg, R.; Sutherland, D.S.; Autrup, H.; Chen, C. and Beer, C. (2015). Fast intracellular dissolution and persistent cellular uptake of silver nanoparticles in CHO-K1 cells: implication for cytotoxicity. *Journal of Nanotoxicology*, 9:181–189.

Huang, Y., Ho, S., Lee, H. C., & Yap, Y. L. (2002). Insecticidal properties of eugenol and methyleugenol and their effects on nutrition of *Silophilus zeamais* Motsch. (Coleoptera: Curculionidae) and *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae). *Journal of Stored Products Research*, 38, 403-412.

Isman, M. B. (2006). Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. *Annual review of entomology*, 51, 45-66.

Kishan K. A., Arun K. T., Veena P. et Sushil K., 2001. Toxicity of 1, 8-Cineole Towards Three Species of Stored Product Coleopterans. *Insect Sci. Applic.* Vol. 21.N° 2. Pp. 155-160.

Karahacane, T. (2015). Activité insecticide des extraits de quelques plantes cultivées et spontanées sur les insectes du blé en post récolte. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie, El Harrach, 115p.

Kaur, K., & Kaushal, S. (2019). Phytochemistry and pharmacological aspects of *Syzygium aromaticum*: A review. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, 8(1), 398-406.

Kedjem, A., & Taharbouchth, Z. (2021). Chemical composition and insecticidal activity of essential oils from *Pistacia lentiscus* L. and *Ocimum basilicum* L. against *Tribolium confusum* Du Val (Coleoptera: Tenebrionidae). *Journal of Entomology and Zoology Studies*, 9(2), 90-96.

Kellouche, A., Ait Aider, F., Labdaoui, K., Moula, D., Ouendi, K., Hamadi, N., Ouramdane, A., Frefot, B., & Mellouk, M. (2010). Biological activity of ten essential oils

against cowpea beetle, *Callosobruchus maculatus* Fabricius (Coleoptera: Bruchidae). *International Journal of Integrative Biology*, 10(2), 86-89.

Khayra, R. E. H. I. F., & Yamina, D. J. A. I. D. J. I. (2019). Effet insecticide par inhalation de l'huile essentielle des feuilles de *Mentha pulegium* sur l'insecte ravageur de blé en post-récolte «*Tribolium castaneum*»(Herbst).

Ko K., Waraporn J. et Angsumarn C., 2009. Repellency, Fumigant and Contact Toxicities of *Litsea cubeba* (Lour.) Persoon Against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst). *Kasetsart J. (Nat. Sci.)* 43, pp 56 – 63.

Koroghli, K. (2018). Activité insecticide des huiles essentielles de romarin (*Rosmarinus officinalis* L.) et de la menthe poivrée (*Mentha piperita* L.) à l'égard du petit capucin des grains de blé *Rhizopertha dominica* F. (Coleoptera: Bostrychidae). Mémoire de master en sciences biologiques, U.M.M.T.O, 58p.

Koul, O., Walia, S., & Dhaliwal, G. S. (2008). Essential oils as green pesticides: potential and constraints. *Biopesticides international*, 4(1), 63-84.

Kumar, B., Kumar, U., & Yadav, H. K. (2015). Identification of EST–SSRs and molecular diversity analysis in *Mentha piperita*. *The Crop Journal*, 3(4), 335-342.

LAHLOU M., (2004) - Methods to study the phytochemistry and bioactivity of essential oils, *Phytother.Res.* N°18, pp. 435-448.

LEONARD, S. & NGAMO, T. (2004). Conseil phytosanitaire interafricain, bulletin d'informations phytosanitaires. ed. F.A.O Rome N : 44-58 p.

Lichtenstein E. P., (1996). Insecticides occurring naturally in crops. *Adv. Chem. Ser.* 53. Pp34-38.

Liu, Z. L., & Ho, S. H. (1999). Bioactivity of the essential oil extracted from *Evodia rutaecarpa* Hook f. et Thomas against the grain storage insects, *Sitophilus zeamais* and *Tribolium castaneum*. *Journal of Stored Products Research*, 35(4), 317-328.

Lucchesi, M. E. (2005). Antimicrobial and antioxidant activity of *Cymbopogon citratus* essential oil in beef burgers. *Meat Science*, 69(3), 569-575.

Madene, N. (2014). Activité biologique de trois extraits végétaux et d'un insecticide sur *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae) et *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae).

MAGAN N., OLSENI M., 2004. Mycotoxines in food: Detection and control, Woodhead Ed in Food Science and Technology, 280p.

Mahrech, H., & Fertoul, F. (Date). Etude de l'effet insecticide de l'huile essentielle et de l'extrait aqueux de *Mentha piperita* par contact et inhalation sur *Rhyzopertha dominica* et *Tribolium castaneum*. Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de master académique en sciences de la nature et de la vie, Faculté des sciences agro-vétérinaire et biologique, département d'agronomie, Université de Saad Dahlab-Blida, Algérie.

Mahmoudi, Y. (1988). La thérapeutique par les plantes les plus communes en Algérie. *Palais du livre. Blida: Imprimerie MOHLI, 12.*

Majdoub, H., Ben Jannet, H., Rekik, M., Chaieb, I., Tounsi, S., & Hammami, M. (2014). Chemical composition and insecticidal properties of *Ruta chalepensis* (Rutaceae) essential oil against *Trogoderma granarium* and *Tribolium castaneum*. *Journal of Stored Products Research*, 58, 36-42. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2014.01.006>.

Manvitha, K., & Bidya, B. (2014). Review on pharmacological activity of *Cymbopogon citratus*. *Int J Herb Med*, 6, 7.

MIKOLO, B., NGOMA, R. L., TSOUMOU, K., & MASSAMBA, D. (2020). AMÉLIORATION DE LA QUALITÉ DES SAVONNETTES À BASE D'HUILES DE PALME, DE COCO, DE KOLO, DU BEURRE DE KARITÉ ET DES HUILES ESSENTIELLES DE CITRONNELLE ET DE WAYA PAR LES PLANS DE MÉLANGE ET L'ÉVALUATION SENSORIELLE. *Annale des Sciences et Techniques*, 19(1).

Mittal, M., Gupta, N., Parashar, P., Mehra, V., & Khatri, M. (2014). Phytochemical evaluation and pharmacological activity of *Syzygium aromaticum*: a comprehensive review. *Int J Pharm Pharm Sci*, 6(8), 67-72.

Mohamed C. Chahbar. A, Touati S, Teflel H, Gouar S.B.S.(2015) Evaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles de trois plantes aromatiques contre un ravageur de denrées stockées *Tribolium castaneum*.

Miresmailli, S., Bradbury, R., & Isman, M. B. (2006). Comparative toxicity of *Rosmarinus officinalis* L. essential oil and blends of its major constituents against *Tetranychus urticae* Koch (Acari: Tetranychidae) on two different host plants. *Pest management science*, 62(4), 366-371.

Moloud, E., Vojoudi, S., & Parsaeyan, E. (2013). Fumigant toxicity of essential oils of *Mentha pulegium* L on adults of *Callosobruchus maculatus*, *Tribolium castaneum*, *Lasioderma serricone* and *Sitophilus oryzae* in laboratory conditions. *Technical journal of engineering and applied sciences*, 3, 732-735.

MORIGANE. (2007). Grimoire des Plantes. Polytechnique de Toulouse.

Mukandiwa, L., & Eloff, J. N. (2017). Bioactive compounds in insect control: advances and challenges. *Molecules*, 22(2), 290.

Nerio, L. S., Olivero-Verbel, J., & Stashenko, E. (2010). Repellent activity of essential oils: a review. *Bioresource technology*, 101(1), 372-378.

Obeng-oferi. D Reichmuth C.H, Bekele j. HassanaliAl. (1997). Biological activity of *officinalis* L.) et de la menthe poivrée (*Mentha piperita* L.) à l'égard du petit capucin des grains de blé *Rhyzopertha dominica* F. (Coleoptera : Bostrychidae). Mémoire de master en sciences biologiques, U.M.M.T.O, 58p.

Okba, K. H. A. M. O. U. L. I. *Détection et comparaison de composition chimique de plusieurs variétés de basilic *Ocimum basilicum* L. cultivées en trois régions différentes de sud de l'Algérie* (Doctoral dissertation, UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA).

Ouibrahim, A. (2015). Evaluation de l'effet antimicrobien et antioxydant de trois plantes aromatiques (*Laurus nobilis* L., *Ocimum basilicum* L. et *Rosmarinus officinalis* L.) de l'Est Algérien. *UNIVERSITE BADJI MOKHTAR-ANNABA. P, 15.*

Ouled Dhaou, I., Ghazouani, T., Jemâa, J. M. B., & Saidana, D. (2017). Les poacae en Tunisie: systématique et utilité thérapeutique. *Phytothérapie*, 15(4), 228-234.

Panneton B ; Vincent C ; Fleurât-Lessard F. Place de la lutte physique en phytoprotection. Chapitre 1 page 1-6.

R. et Fakruddin Shahed S. M. (2007). Ethanolic extract of melgota (*Macaranga postulate*) for repellency, insecticidal activity against rice weevil (*Sitophilus oryzae*). *African Journal of Biotechnology*, 6 (4), 2007, pp 379-383.

Raja N., Albert S., Ignacimuthu S., et Dorn S., (2001).Effect of plant volatile oils in protecting stored *copea Vigna unguiculata* (L.) *Walpers* against *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera : Bruchidae) infestation. *J. stored Prod. Resear.*, 37:125-132.

Roy B., Amin R., Uddin M. N., Islam A.T.M.S., Islam M.J., Hadler B.C., 2005. Leaf Sabir, S., Arshad, M., & Chaudhari, S. K. (2014). Zinc oxide nanoparticles for revolutionizing agriculture: synthesis and applications. *The Scientific World Journal*, 2014.

Rajkumar, V., Gunasekaran, C., Christy, I. K., Dharmaraj, J., Chinnaraj, P., & Paul, C. A. (2019).Toxicity, antifeedant and biochemical efficacy of *Mentha piperita* L. essential oil and their major constituents against stored grain pest. *Pesticide Biochemistry and Physiology*.

Regnault-Roger, C., Vincent, C., & Arnason, J. T. (2012). Essential oils in insect control: low-risk products in a high-stakes world. *Annual Review of Entomology*, 57, 405-424.

Sabir, S., Arshad, M., & Chaudhari, S. K. (2014). Zinc oxide nanoparticles for revolutionizing agriculture: synthesis and applications. *The Scientific World Journal*, 2014.

Seck D. (1991) Importance économique et développement d'une approche de lutte intégrée contre les insectes ravageurs des stocks de maïs, mil et niébé en milieu paysan. *Sahel PV info* –N°33, pp15-20. 37:615-625.

Senthilkumar, A., Venkatesalu, V., & Chandrasekaran, M. (2011). Mosquito larvicidal activity of aromatic plants oils from India. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 1(1), S113-S115.

Shaaya, E., Kostjukovski, M., Eilberg, J., & Sukprakarn, C. (1997). Plant oils as fumigants and contact insecticides for the control of stored-product insects. *Journal of Stored Products Research*, 33(1), 7-15.

- Sharma, P., Mohan, L., Srivastava, C. N., & Srivastava, A. K. (2009).** Essential oil as green pesticides: present and future prospects. *World Journal of Agricultural Sciences*, 5(4), 372-385.
- Steffan J.R., 1987.** Description Et Biologie. Les Insectes Et Les Acariens Des Céréales Stockées Ed.A.F.N.O.R Paris, 238 p.
- Stejskal, V., Hubert, J., Kučerová, Z., Munzbergová, Z, Lukáš, J. et Žd'árková, E., (2003).**The influence of the type of storage on pest infestation of stored grain in the Czech Republic. *PLANT SOIL ENVIRON.*, 49, (2): 55-62.
- Syed Shayfur R., Md. Mizanur R., Mohammad Mizanur R.K., Shameem A.B., Balaram R. et Fakruddin Shahed S. M. (2007).** Ethanolic extract of melgota (*Macaranga postulate*) for repellency, insecticidal activity against rice weevil (*Sitophilus oryzae*). *African Journal of Biotechnology*, 6 (4), 2007, pp 379-383.
- Taib H., (2015).** Etude de l'activité insecticide des huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus L.* et de *Rosmarinus officinalis L.* à l'égard de la bruche du haricot *Acanthoscelides obtectus Say.* (Coleoptera : Bruchidae). Mémoire de master en Biologie, UMMTO, 64p.
- Taleb-Toudert K., (2015).** Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien). Evaluation de leurs effets sur la bruche du niébé *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera : Bruchidae). Thèse de doctorat d'Etat. U.M.M.T.O. 160p.
- Traboulsi, A. F., El-Haj, S., Tueni, M., Taoubi, K., & Nader, N. A. (2005).** Repellency and toxicity of aromatic plant extracts against the mosquito *Culex pipiens molestus* (Diptera: Culicidae). *Pest management science*, 61(6), 597-604.
- Wang, Y., Chen, J., Shi, W., & Wang, X. (2019).** Toxicity and mechanism of action of plant essential oils and their components against *Blattella germanica (L.)* adults. *Journal of Asia-Pacific Entomology*, 22(2), 441-447.
- YAHYAOU, N. (2005).** Extraction, analyse et évaluation de l'effet insecticide des huiles essentielles de *Menthe Spicata L* sur *Rhyzoperlhu dominicu(F.)* (Coleoptera, Bostrychidae) et *Tribolium confusum (Duv.)* (Coleoptera, Tenebrionidae).Thèse de Magister en sciences agronomiques, option Ecologie, INA, El-Harrach. Site parkesbi.

Sites

La menthe poivrée." Encyclopédie Larousse en ligne, Larousse, consulté le 1er mai 2023, https://www.larousse.fr/encyclopedie/divers/menthe_poivr%C3%A9e/184012.

Résumé

Les pesticides des ravageurs des denrées alimentaires stockées présentent une source de contamination de la chaîne alimentaire par des produits toxiques. L'objectif de cette étude est d'évaluer l'effet toxique (inhalation et par contact) et l'effet répulsif et de quatre huiles essentielles : la menthe poivrée (*Mentha ×piperita*), le clou de girofle (*Syzygium aromaticum*), le basilic (*Ocimum basilicum*) et la citronnelle (*Cymbopogon citratus*). Des bioessais sur les adultes de *Tribolium castaneum* ont été menés dans des conditions de laboratoire. Les concentrations (0,1 %, 0,5 %, 1 %) des huiles essentielles ont été testées pour déterminer les valeurs CL 50 et TL 50. Les résultats du bioessai toxique par inhalation indiquent que les quatre huiles essentielles testées sont toxiques, provoquant une mortalité de 100 % sur les adultes *Tribolium castaneum* après 24 heures d'exposition à la concentration de 1 %. L'huile essentielle de menthe poivrée a montré un effet toxique élevé par rapport aux autres huiles avec un TL50 de 1,67H suivi par la citronnelle, le basilic et le girofle avec des valeurs TL50 de 3,46 ; 3,95 et 4,98 H respectivement. Le test des huiles par contact à 1% montre que la citronnelle n'a pas d'effet toxique. Par contre, la menthe poivrée a causé un effet toxique remarquable sur le *Tribolium castaneum* (TL50 = 2,83 H), l'effet était beaucoup moins important chez le girofle et le basilic avec un TL 50 de 73H pour les deux. Pendant 50 Heures d'observation de l'effet de répulsif des huiles testées, l'effet de la menthe poivrée était le plus stable à un taux d'efficacité proche de 100%. En ce qui concerne les ZNO, ces nanoparticules n'améliorent pas l'effet pesticide lorsqu'ils sont ajoutés aux huiles essentielles. Par conséquent, l'huile essentielle de menthe poivrée peut être utilisée comme pesticide pour réduire les pertes causées par les insectes nuisibles dans les denrées alimentaires stockées.

Mots clés : huiles essentielles, *Tribolium castaneum*, inhalation, mortalité, CL50, TL50.

Abstract

Pesticides from stored food pests present a source of contamination of the food chain by toxic products. The objective of this study is to evaluate the toxic effect (inhalation and by contact) and the repellent effect of four essential oils: peppermint (*Mentha ×piperita*), clove (*Syzygium aromaticum*), basil (*Ocimum basilicum*) and lemongrass (*Cymbopogon citratus*). Bioassays on adults of *Tribolium castaneum* were conducted under laboratory conditions. The concentrations (0.1%, 0.5%, 1%) of the essential oils were tested to determine the LC 50 and TL 50 values. The results of the toxic by inhalation bioassay indicate that the four essential oils tested are toxic, causing 100% mortality on *Tribolium castaneum* adults after 24 hours of exposure to the 1% concentration. Peppermint essential oil showed a high toxic effect compared to other oils with a TL50 of 1.67H followed by lemongrass, basil and clove with TL50 values of 3.46; 3.95 and 4.98 H respectively. The essential oil at 1% contact test shows that lemongrass has no toxic effect. On the other hand, peppermint caused a remarkable toxic effect on *Tribolium castaneum* (TL50 = 2.83 H), the effect was much less significant in cloves and basil with a TL 50 of 73 H for both. During 50 Hours of observing the repellent effect of the oils tested, the effect of peppermint was the most stable at an effectiveness rate close to 100%. Regarding ZNO, these nanoparticles do not improve the pesticidal effect when added to essential oils. Therefore, peppermint essential oil can be used as a pesticide to reduce losses caused by insect pests in stored foods.

Keywords: essential oils, *Tribolium castaneum*, inhalation, mortality, CL50, TL50.

ملخص

تشكل مبيدات آفات المخازن الغذائية مصدر التلوث للسلسلة الغذائية بالمنتجات السامة. الهدف من هذا الدراسة هو تقييم التأثير السام (الاستنشاق والتلامس) والتأثير الطارد لأربعة زيوت أساسية: النعناع (*Mentha × piperita*)، القرنفل (*Syzygium aromaticum*)، الريحان (*Ocimum basilicum*) وعشب الليمون (*Cymbopogon citratus*)، أجريت التجارب على الحشرات البالغة من *Tribolium castaneum* تحت ظروف المخبر. تم اختبار التركيزات (0.1٪، 0.5٪، 1٪) من الزيوت الأساسية لتحديد قيم LT_{50} و LC_{50} من الزيوت الأساسية. تشير نتائج التجارب السامة عن طريق الاستنشاق إلى أن الزيوت الأساسية الأربعة التي تم اختبارها سامة، مما تسبب في موت 100٪ من حشرات *Tribolium castaneum* بعد 24 ساعة من التعرض لتركيز 1٪. أظهر زيت النعناع أساسيًا تأثيرًا سامًا عاليًا مقارنة بالزيوت الأخرى حيث بلغت $LT_{50} = 1.67H$ يليها عشبة الليمون والريحان والقرنفل بقيمة TL_{50} بقيمة 3.46 ؛ 3.95 و 4.98 ساعة على التوالي. يوضح اختبار زيت التلامس نسبة 1٪ أن عشبة الليمون ليس لها تأثير سام. من ناحية أخرى، تسبب النعناع تأثير سام ملحوظ على *Tribolium castaneum* $LT_{50} = 2.83 H$ ، وكان التأثير أقل بكثير في القرنفل والريحان مع LT_{50} من 73 H لكليهما. خلال 50 ساعة من ملاحظة التأثير الطارد للزيوت المختبرة، كانت تأثير النعناع هو الأكثر ثباتًا بنسبة فعالية قريبة من 100٪. فيما يتعلق بـ ZNO، لا تعمل هذه الجسيمات النانوية على تحسين تأثير المبيدات عند إضافتها إلى الزيوت الأساسية. لذلك، يمكن استخدام زيت النعناع الأساسي لوحده كمبيد لآفات لتقليل الخسائر التي تسببها الآفات الحشرية في المواد الغذائية المخزنة.

كلمات مفتاحية: زيوت أساسية، *Tribolium castaneum*، الإستنشاق، موت الحشرات، CL_{50} ، TL_{50} .