



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Larbi Tébessi -Tébessa-
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la vie
Département : des Êtres Vivants



MEMOIRE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER

Spécialité : BIOLOGIE ANIMALE

Option : ECOPHYSIOLOGIE ANIMALE

Thème

Effacité comparée d'une molécule bioactive et d'une
huile essentielle vis-à-vis d'un ravageur des denrées
stockées

Présenté par :

Melle. ABDESMAD Ouanassa

Mr. MOUMOU Wassim

Membres de Jury :

Pr. TINE-DJEBBAR Fouzia

U. Larbi Tébessi-Tébessa

Président

Pr. TINE Samir

U. Larbi Tébessi-Tébessa

Rapporteur

Dr. DJELLAB Sihem

U. Larbi Tébessi-Tébessa

Examineur

Année universitaire : 2021/2022

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

Avant toute chose, nous remercions **Dieu** le tout puissant de nous avoir donné la santé, la volonté, le courage, la force, la patience et la chance pour affronter ce laborieux travail.

Je tiens à exprimer mes sincères gratitudees à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

J'adresse mes plus vifs remerciements à notre encadreur, **Professeur Tine Samir**, pour ses précieux conseils, pour son suivi tout au long de la réalisation de ce mémoire. J'espère qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Un grand merci à **Professeur Tine-Djebbar Fouzia** d'avoir accepté de présider ce jury, qu'elle trouve ici toute mon expression respectueuse. Merci vivement pour vos conseils, pour l'accompagnement, également pour son soutien durant la réalisation de notre thème.

Je remercie également **Docteur Djellab Siham** pour avoir accepté d'examiner ce travail et honorer par sa présence, la constitution du jury.

Liste des Figures

N°	Titre	Page
Figure 1	Les larves (A, B) et les adultes (C) de <i>Trogoderma granarium</i> (Photos personnelles)	4
Figure 2	Blé infesté (photos personnelles)	4
Figure 3	Présentation de <i>Citrus limonum</i> (Photos personnelles)	5
Figure 4	Séchage des feuilles de <i>Citrus limonum</i> (Photos personnelles)	6
Figure 5	Extraction de l'HE de <i>Citrus limonum</i> (Photos personnelles)	7
Figure 6	(A) Présentation de limonène (Photos personnelles) (B) Structure chimique de limonène (Rebstein & Soerensen, 2011)	7
Figure 7	Test de toxicité par fumigation (Photo personnelle)	8
Figure 8	Test de toxicité par ingestion (Photo personnelle)	9
Figure 9	Test de répulsion (Photos personnelles)	10
Figure 10	Extraction des glucides, protéines et lipides totaux (Shibko <i>et al.</i> , 1967)	13
Figure 11	Effet de limonène appliqué par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les larves de <i>T. granarium</i> à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses	16
Figure 12	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> appliquée par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les larves de <i>T. granarium</i> à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses	18
Figure 13	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> et de limonène (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliqués par ingestion sur le contenu en protéines totales (µg/individu) chez les larves de <i>T. granarium</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey	21
Figure 14	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> et de limonène (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliqués par ingestion sur le contenu en glucides totaux (µg/individu) chez les larves de <i>T. granarium</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey	22
Figure 15	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> et de limonène (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliqués par ingestion sur le contenu en lipides totaux (µg/individu) chez les larves de <i>T. granarium</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey	22

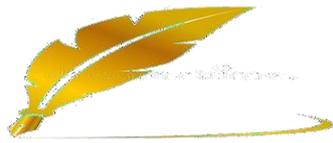
Liste des Tableaux

N°	Titre	Page
Tableau 1	Classement de Mc Donald <i>et al.</i> (1970) selon les pourcentages de répulsion	10
Tableau 2	Dosage des protéines totales chez les larves de <i>T. granarium</i> : réalisation de la gamme d'étalonnage	11
Tableau 3	Dosage des glucides totaux chez les larves de <i>T. granarium</i> : réalisation de la gamme d'étalonnage	11
Tableau 4	Dosage des lipides totaux chez les adultes de <i>T. granarium</i> : réalisation de la gamme d'étalonnage	12
Tableau 5	Rendement et caractéristiques organoleptiques de l'HE extraite de <i>C. limonum</i>	15
Tableau 6	Effet de limonène appliqué par fumigation sur les larves de <i>T. granarium</i> , sur le taux de mortalité corrigée à différentes périodes après traitement ($m \pm SEM$, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey	16
Tableau 7	Effet de limonène appliqué par ingestion sur les larves de <i>T. granarium</i> , sur le taux de mortalité corrigée à différentes périodes après traitement ($m \pm SEM$, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey	17
Tableau 8	Effet de limonène appliqué par fumigation et par ingestion sur les larves de <i>T. granarium</i> : analyse des probits	17
Tableau 9	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> appliquée par fumigation sur les larves de <i>T. granarium</i> , sur le taux de mortalité corrigée à différentes périodes après traitements ($m \pm SEM$, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey	18
Tableau 10	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> appliquée par ingestion sur les larves de <i>T. granarium</i> , sur le taux de mortalité corrigée à différentes périodes après traitements ($m \pm SEM$, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey	18
Tableau 11	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> appliquée par fumigation et par ingestion sur les larves de <i>T. granarium</i> : analyse des probits	19
Tableau 12	Pourcentages (PR) et classes (CR) de répulsion de l'HE de <i>C. limonum</i> et de limonène testé sur <i>T. granarium</i>	20
Tableau 13	Rendement des différentes espèces de Citrus	24
Tableau 14	Effet insecticide de certaines HEs de Citrus à l'égard de différentes espèces de Coléoptères, ravageurs des denrées stockées	26
Tableau 15	Activités répulsives de certaines espèces de Citrus à l'égard de quelques ravageurs des denrées stockées	28

Sommaire

I. INTRODUCTION	1
II. MATERIEL ET METHODES	3
2.1. Présentation de l'insecte <i>Trogoderma granarium</i> (Everts, 1898)	3
2.2. Techniques d'élevage au laboratoire	4
2.3. Présentation de la plante, <i>Citrus limonum</i> (Burm, 1768)	4
2.4. Collecte séchage de la plante	5
2.5. Extraction et rendement de l'HE de <i>C. limonum</i>	6
2.6. Présentation du limonène	7
2.7. Traitement et bioessais	7
2.7.1. Toxicité par fumigation	8
2.7.2. Toxicité par ingestion	8
2.8. Test de répulsion	9
2.9. Extraction et dosage des constituants biochimiques	10
2.9.1. Dosage des protéines totales	10
2.9.2. Dosage des glucides totaux	11
2.9.3. Dosage des lipides totaux	11
2.10. Analyses statistiques	14
III. RESULTATS	15
3.1. Rendement de l'huile essentielle	15
3.2. Essais toxicologiques	15
3.2.1. Essai toxicologique du limonène	15
3.2.2. Essai toxicologique de l'HE de <i>C. limonum</i>	17
3.3. Effet répulsif des traitements	19
3.4. Effet du traitement sur la composition biochimique	20
3.4.1. Effet sur le contenu en protéines totales	20
3.4.2. Effet sur le contenu en glucides totaux	21
3.4.3. Effet sur le contenu en lipides totaux	22
IV. DISCUSSION	23
4.1. Rendement en huile essentielle	23

4.2. Toxicité des traitements	24
4.3. Effet répulsif des traitements	26
4.4. Effet du traitement sur la composition biochimique	28
V. CONCLUSION ET PERSPECTIVES	31
VI. RESUME	32
Abstract	33
ملخص	34
VII. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	35



Introduction

T. K. S. L. O. G. A. S. S. I. O. N. S.

I. INTRODUCTION

Les céréales représentent le régime alimentaire essentiel des populations de la majorité des pays en développement (Guèye *et al.*, 2011). Elles constituent une des principales filières de la production agricole en Algérie et elles fournissent plus de 60% de l'apport calorifique et 75 à 80% de l'apport protéique de la ration alimentaire. La consommation des produits céréaliers a la moyenne d'environ 205 kg /hab/an (Chehat, 2007). De ce fait, la bonne gestion de ces denrées pourrait contribuer à atteindre l'autosuffisance et la sécurité alimentaire (Waongo *et al.*, 2013)

Le processus d'entreposage pose de nombreux problèmes, comme la présence des ravageurs qui menace les produits entreposés. Les organismes nuisibles pénètrent dans les aires de stockage du grain parce qu'ils offrent un environnement idéal pour leurs développements (Rees, 2004 ; Nansen, 2008). Parmi ces insectes nuisibles le genre *Trogoderma*, qui contient plus de 134 espèces (Háva, 2003). *Trogoderma granarium* Everts (Coléoptères : Dermestidae), est un ravageur important qui retentissent sur le plan économique (Hagstrum & Subramanyam, 2009 ; Eliopoulos, 2013). Il est considéré comme l'un des 100 ravageurs les plus agressifs au monde (Lowery *et al.*, 2000). Il peut causer la perte directe des grains entreposés en les nourrissant et en permettant la colonisation des grains endommagés par des ravageurs secondaires, y compris d'autres insectes et champignons, ce qui détériore davantage la qualité des grains (Matterne *et al.*, 1998). La gestion de cet organisme nuisible est difficile parce que ses larves se nourrissent à l'intérieur des grains, ce qui réduit leur exposition à des traitements insecticides directs (Boland *et al.*, 2004).

Depuis des siècles, pour lutter contre les infestations multiples, les paysans ont pratiqué des techniques traditionnelles telle que les rotations de cultures ou l'ajout aux denrées des produits locaux tels que les minéraux et les feuilles (Foua-Bi, 1993 ; Vincent *et al.*, 2000 ; Regnault-Roger *et al.*, 2008 ; Philogène *et al.*, 2008). Pour surmonter le problème de la prolifération des insectes ravageurs, plusieurs techniques sont utilisées pour maintenir la population de ces organismes nuisibles sous le niveau de perte économique. Ce n'est qu'après la seconde guerre mondiale, que le recours aux produits phytosanitaires chimiques ou en d'autres termes les pesticides, s'est généralisé pour tirer le meilleur profit des cultures (Regnault Roger, 2005).

Les pesticides peuvent être transportés soit par le vent au cours du traitement, soit par les grains traités après les semis dans les champs, soit par le biais du système d'égouts ou par les ruissellements en provenance des champs et des lieux de traitement, pour se retrouver dans les

étendues d'eau où ils auront la possibilité de pénétrer dans la chaîne alimentaire . Plus de 20000 décès accidentels et 3 millions d'empoisonnements liés aux pesticides sont annuellement recensés dans le monde (PAN Africa, 2003).

La prise de conscience des effets secondaires de l'utilisation des pesticides sur l'environnement et la santé humaine provoque actuellement une révolution verte. L'agriculture moderne évolue ; elle a tendance à épandre moins de pesticides et à utiliser généralement des produits plus sélectifs et moins polluants qui sont les biopesticides d'origine végétale en particulier les plantes aromatiques. Les extraits végétaux des familles des Rutacées, Méliacées, Astéracées, Labiées, Pipéracées, Verbénacées et Annonacées agissent comme biopesticides (Tapondjou *et al.*, 2005 ; Kellouche, 2005 ; Isman, 1995). Leur toxicité s'exprime de différentes manières : activités ovicide, larvicide (Kéïta *et al.*, 2000 ; Regnault-Roger, 2002 ; Pavela, 2004a), perturbation de la croissance des insectes (Pavela, 2004b) et diminution de la fécondité et de la fertilité (Pavela, 2005).

Dans ce contexte, notre étude a été consacrée dans une **première partie** à l'extraction de l'huile essentielle de *Citrus limonum* ainsi que la détermination de son rendement.

La deuxième partie est consacrée à l'évaluation de la toxicité de l'huile de *C. limonum* et du limonène (chaque traitement seul) par fumigation et par ingestion sur les larves de *Trogoderma granarium* (Everts) et de leur potentiel de répulsion vis-à-vis de cet insecte ravageur.

La troisième partie examine les effets létaux (CL₂₅ et CL₅₀) de ces biopesticides (chaque traitement seul) par ingestion sur les protéines et les réserves énergétiques chez les larves de *T. granarium*.



Matériel

Et

Méthodes

II. MATERIELS ET METHODES

2.1. Présentation de l'insecte *Trogoderma granarium* (Everts, 1898)

Le Trogoderme ou dermeste des grains est un petit insecte (2-3 mm) brun, de forme globuleuse (Fig. 1). L'adulte ne vit que 10 à 15 jours et ne cause aucun dégât. La larve, facilement reconnaissable car très velue, se développe à l'extérieur des grains et est la seule responsable des dégâts. Dans certains cas, les larves se groupent en très grand nombre dans les crevasses ou au niveau des coutures ou des oreilles des sacs, qu'elles détériorent. Ce sont des endroits que l'on peut rapidement inspecter lors de contrôles. Le Trogoderme se caractérise également par une très grande résistance à la sécheresse et une bonne aptitude à survivre en l'absence de toute nourriture, Enfin cet insecte est très résistant à de nombreux insecticides de contact et constitue de ce fait un insecte-test (Cruz *et al.*, 1988). Sa classification systématique est la suivante :

Règne	Animalia
Embranchement	Arthropoda
Sous-embranchement	Hexapoda
Classe	Insecta
Ordre	Coleoptera
Sous-ordre	Polyphaga
Super-famille	Bostrichoidea
Famille	Dermestidae
Genre	Trogoderma
Espèce	<i>Trogoderma granarium</i> (Everts, 1898)

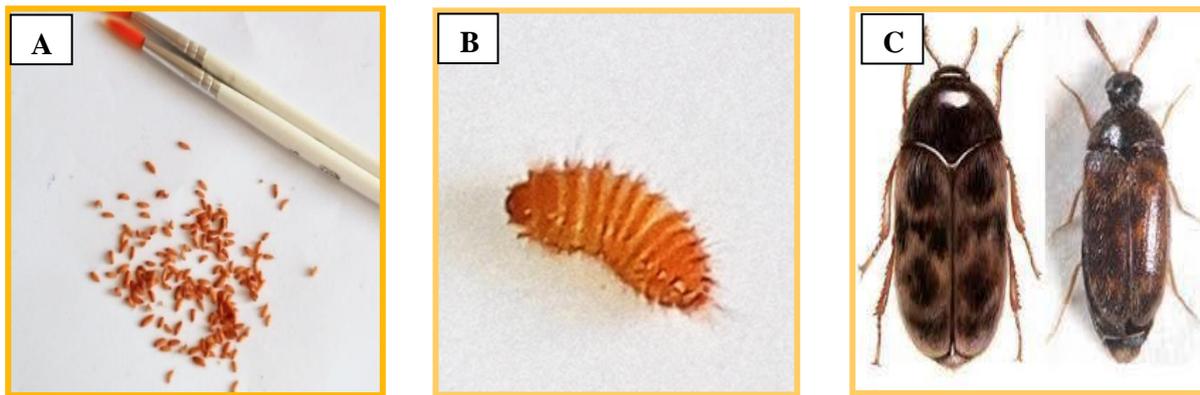


Figure 1. Larve (A, B) et Adultes (C) de *Trogoderma granarium* (Photos personnelles).

2.2. Techniques d'élevage au laboratoire

Les larves de *Trogoderma granarium* ont été obtenues à partir de la Société Saif dans la région de Chéria. Une fois ramenées au laboratoire Eau et Environnement à l'Université de Tébessa, les individus ont subi un criblage à l'aide d'un tamis de 2 mm, avec un papier filtre blanc pour qu'on puisse les repérer à l'œil nu. Les larves triées selon leur taille, ont été mises dans des boîtes en plastique (Fig. 2). L'élevage est maintenu à une température de $27 \pm 1^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $65 \pm 5\%$. Dans toutes les expériences, les larves matures ont été utilisées.



Figure 2. Blé infesté (photos personnelles).

2.3. Présentation de la plante, *Citrus limonum* (Burm, 1768)

Citrus limonum (Citron) d'abord appelé « limon », est parmi les plus importantes espèces d'agrumes après le *Citrus sinensis* et *Citrus reticulata* (Debuigne & Couplan, 2006). Le citronnier désigné sous le nom de *Citrus limonum* (L.) Burm, est un arbre à fleurs persistantes

ou un arbuste aromatique qui peut atteindre 6 m de haut, avec des épines robustes. Les feuilles sont vert foncé, cuirassées avec une forme ovale d'environ 14 cm de long. Les boutons floraux sont de couleur violacée avec 5 pétales blancs de 5 cm de diamètre. Les fruits sont de forme oblongue jaune, mesurant entre 7,5 et 12,5 cm de long. Les fruits sont riches en acide citrique et en vitamine C (Fig. 3). La classification systématique de *Citrus limonum* est la suivante :

Règne	Plantae
Embranchement	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Sapindales
Famille	Rutaceae
Genre	Citrus
Espèce	<i>Citrus limonum</i> (Burm, 1768)



Figure 3. Présentation de *Citrus limonum* (Photos personnelles).

2.4. Collecte séchage de la plante

Les feuilles de citronnier ont été recueillies durant la période de novembre 2021 dans la région de Tébesa (quartier Skanska), et la cueillette a été faite en maintenant la même hauteur et au même moment (à 23h). Le matériel végétal a été rincé à l'eau du robinet pour éliminer la terre et les autres contaminants de surface, puis séché à l'air dans l'obscurité à température ambiante pendant 4 jours, puis les feuilles ont été coupées en petits morceaux (Fig. 4).



Figure 4. Séchage des feuilles de *Citrus limonum* (Photos personnelles).

2.5. Extraction et rendement de l'HE de *C. limonum*

L'extraction des huiles essentielles a été réalisée par hydrodistillation à l'aide d'un appareil de type Clevenger (Clevenger, 1928) (Fig. 5). Elle est réalisée par ébullition d'un mélange de 50 g de matériel végétal et 750 ml d'eau distillée dans un ballon à fond rond, l'ensemble est placé sur une chauffe ballon d'une puissance de 350 w qui est raccordée avec le reste de l'appareil d'extraction à une température voisine de 100°C, le mélange est tenu en ébullition pendant 3h. La vapeur chargée d'huile essentielle, traverse le réfrigérant et se condense avant de chuter dans une ampoule de décantation sous forme de gouttelettes, ensuite l'huile se sépare de l'eau par différence de densité (Pharmacopée Européenne, 2017).

A la fin de l'opération, l'HE recueillie a été filtrée en présence de sulfate de sodium (Na_2SO_4) pour éliminer les traces d'eau résiduelle. Elle est ensuite récupérée et stockée à 4°C et à l'obscurité dans un flacon en verre, hermétiquement fermé et couvert du papier aluminium pour les préserver de la lumière. La quantité d'huile obtenue est pesée pour le calcul du rendement (Mawussi, 2008 ; Tchoumboungang *et al.*, 2009).

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

$$R = \left[\frac{\Sigma \text{PB}}{\Sigma \text{PA}} \right] \times 100$$

ou

$$R = \frac{\text{PB}}{\text{PA}} \times 100$$

R : Rendement en HE en %.

PB : Poids d'HE en gr.

PA : Poids de matière sèche de la plante en gr.



Figure 5. Extraction de l'HE de *Citrus limonum* (Photos personnelles).

2.6. Présentation du limonène

Le limonène de formule brute $C_{10}H_{16}$ (Fig. 6), est un hydrocarbure terpénique présent dans de nombreuses huiles essentielles à partir desquelles il peut être obtenu par distillation. À température ambiante, c'est un liquide incolore à odeur brillante, fraîche et propre d'orange (Fig. 6), caractéristique des agrumes. Il est utilisé comme solvant dans les produits de nettoyage, la fabrication de produits alimentaires, la parfumerie et les produits d'hygiène, ainsi que comme insecticide.

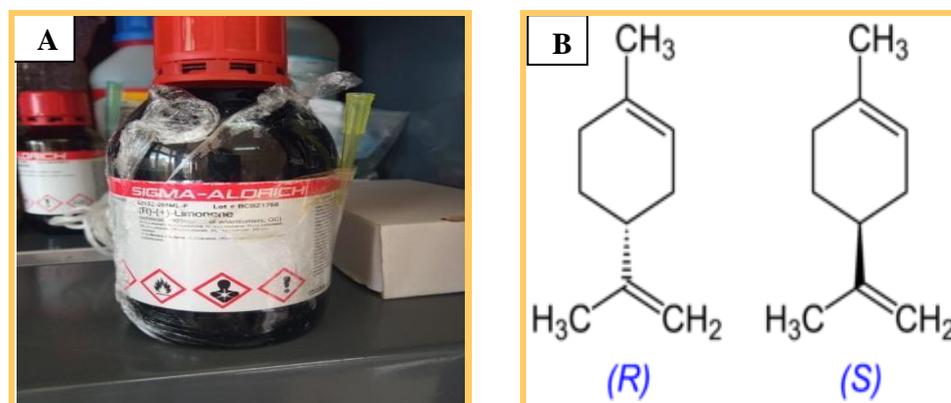


Figure 6. (A) Présentation de limonène (Photos personnelles)
(B) Structure chimique de limonène (Rebstein & Soerensen, 2011).

2.7. Traitement et bioessais

Afin de mettre en évidence l'efficacité de l'huile essentielle de *Citrus limonum* et de la molécule bioactive "limonène" et de définir leurs concentrations létales (CL_{25} , CL_{50}) à l'égard des larves de *Trogoderma granarium* ; deux tests de toxicité ont été réalisés.

2.7.1. Toxicité par fumigation

Après avoir collectées les larves, 10 larves ont été mis dans un flacon en plastique d'une capacité de 60 ml contenant 10g de blé sain. Après un screening préalable, l'HE de *C. limonum* (10, 20, 40 et 50 μ l/l d'air) et le limonène (10, 20, 30 et 40 μ l/l d'air) ont été appliqués sur des disques de papier filtre de 2,5 cm de diamètre suspendus à l'aide d'un fil à la face interne du couvercle (Fig. 7).

Cinq répétitions de 10 larves ont été réalisées pour chaque concentration. Une série témoin est conduite en parallèle avec des disques sans traitement.

Les mortalités enregistrées à 24, 48 et 72 h après traitement ont été corrigée selon la formule d'Abbott (1925), et les concentrations létales ainsi que leurs intervalles de confiance (95% IC) ont été calculées grâce à un Logiciel GRAPHPAD PRISM 7.



Figure 7. Test de toxicité par fumigation (Photo personnelle).

2.7.2. Toxicité par ingestion

Après un screening préalable, l'huile de *C. limonum* et le limonène dissous dans l'acétone ont été appliquées à différentes concentrations (0,5, 1, 2 et 4 μ l/ml pour l'huile et 5, 6, 7, 8, et 9 μ l/ml pour le limonène) sur 5g de blé sain dans des flacons en plastique (Fig. 8). Après une évaporation totale du solvant pendant 15min, 10 larves de *T. granarium* sont introduits dans les flacons. Les bioessais ont été réalisés en cinq répétitions pour chaque dose. Une série témoin est conduite en parallèle et les grains de blé reçoivent uniquement du solvant (acétone).

Les mortalités enregistrées à 2 h, 4 h et 6 h après traitement ont été corrigées selon la formule d'Abbott (1925), afin d'éliminer les mortalités naturelles. Les concentrations létales ainsi que

leurs intervalles de confiance (95% IC) ont été calculées grâce à un Logiciel GRAPH PAD PRISM 7.



Figure 8. Test de toxicité par ingestion (Photo personnelle).

2.8. Test de répulsion

Ce test a été effectué afin de calculer le pourcentage de répulsion de limonène et de l'HE de *C. limonum* à l'égard des larves de *T. granarium* par la méthode de la zone préférentielle sur papier filtre décrite par [Mc Donald et al. \(1970\)](#). Des disques de papier filtre de 9 cm de diamètre, sont coupés en deux parties égales. Des concentrations de 5, 10 et 20 μ l/ml de limonène et de l'HE dilués dans de l'acétone sont appliqués (500 μ l) sur une moitié du papier et 500 μ l du solvant "acétone" sur l'autre moitié. Les deux demi-disques de papier filtre sont séchés à l'air libre et le disque est reconstitué puis mis dans une boîte de pétri ([Fig. 9](#)). Dix individus sont déposés sur chaque boîte et 3 répétitions sont réalisées pour chaque dose.

Après 30 min, 1h, 2h, 3h et 4h de traitement, le dénombrement des larves sur les demi-disques est réalisé. Le pourcentage de répulsion (PR) est ainsi calculé selon la formule utilisée par [Nerio et al. \(2009\)](#) comme suit :

$$\text{PR (\%)} = \frac{(\text{NC} - \text{NT})}{(\text{NC} + \text{NT})} \times 100$$

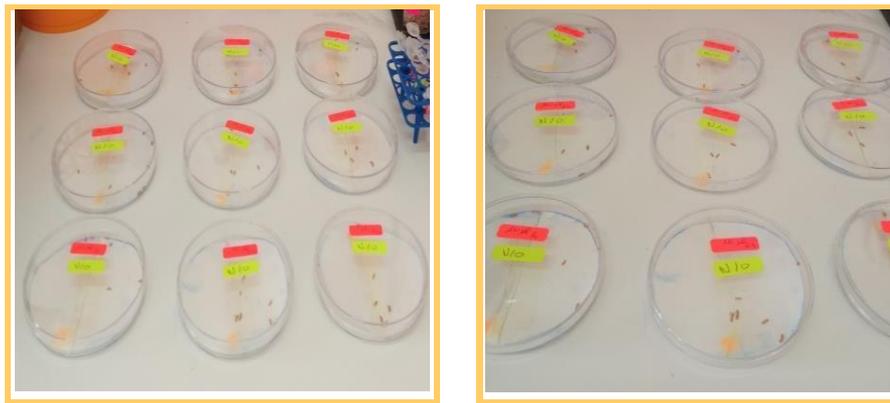
NC : Nombre d'insectes présents sur le demi-disque témoin (solvant seulement).

NT : Nombre d'insectes présents sur le demi-disque traité (HE ou azadirachtine + solvant).

Le pourcentage moyen de répulsion calculé, est attribué à l'une des différentes classes variant de 0 à 5 ([Mc Donald et al., 1970](#)) ([Tableau 1](#)).

Tableau 1. Classement de Mc Donald *et al.* (1970) selon les pourcentages de répulsion

Classes	Intervalles de répulsion	Propriétés
0	$PR \leq 0,01\%$	Très faiblement répulsif
I	$0,1\% < PR \leq 20\%$	Faiblement répulsif
II	$20\% < PR \leq 40\%$	Modérément répulsif
III	$40\% < PR \leq 60\%$	Moyennement répulsif
IV	$60\% < PR \leq 80\%$	Répulsif
V	$80\% < PR \leq 100\%$	Très répulsif

**Figure 9.** Test de répulsion (Photos personnelles).

2.9. Extraction et dosage des constituants biochimiques

Les larves témoins et traitées à l'HE de *C. limonum* et à la molécule bioactive (limonène), avec la CL₂₅ et la CL₅₀ par ingestion ont été prélevées et conservées dans 1 ml de TCA (acide trichloroacétique) à 20%. L'extraction des principaux constituants biochimiques (protéines, glucides et lipides) a été réalisée selon le procédé de [Shibko *et al.* \(1966\)](#) (Fig. 10). Après homogénéisation aux ultrasons, puis centrifugation (5000 tours/min à 4°C pendant 10 min), le surnageant I obtenu, servira pour le dosage des glucides totaux selon la méthode de [Duchateau & Florkin \(1959\)](#). Au culot I, on ajoute 1 ml de mélange éther/chloroforme (1V/1V) et après une seconde centrifugation (5000 trs/min, 10 mn), on obtient le surnageant II et le culot II, le surnageant II sera utilisé pour le dosage des lipides ([Goldsworthy *et al.*, 1972](#)) et le culot II, dissout dans de la soude (0,1 N), servira au dosage des protéines selon [Bradford \(1976\)](#).

2.9.1. Dosage des protéines totales

Le dosage des protéines est effectué selon la méthode de [Bradford \(1976\)](#), dans une fraction aliquote de 100 µl à laquelle on ajoute 4 ml de réactif du bleu brillant de commassie (BBC) G250 (Merck). Celui-ci révèle la présence des protéines en les colorants en bleu. L'absorbance

est lue au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 595 nm. La gamme d'étalonnage est réalisée à partir d'une solution d'albumine de sérum de bœuf (BSA) titrant 1 mg/ml (Tableau 2).

Tableau 2. Dosage des protéines totales chez les larves de *T. granarium* : réalisation de la gamme d'étalonnage.

Tubes	0	2	3	4	5	6
Solution standard d'albumine (µl)	0	20	40	60	80	100
Eau distillée (µl)	100	80	60	40	20	0
Réactif BBC (ml)	4	4	4	4	4	4

2.9.2. Dosage des glucides totaux

Le dosage des glucides totaux a été réalisé selon la méthode de Duchateau & Florkin (1959). Cette méthode consiste à additionner 100 µl de surnageant contenu dans un tube à essai, 4 ml du réactif d'anthrone et de chauffer le mélange à 80°C pendant 10 min, une coloration verte se développe dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de glucide présente dans l'échantillon. La lecture de l'absorbance est faite à une longueur d'onde de 620 nm. La gamme d'étalonnage est effectuée à partir d'une solution mère de glucose (1mg/ml) (Tableau 3).

Tableau 3. Dosage des glucides totaux chez les larves de *T. granarium*: réalisation de la gamme d'étalonnage.

Tubes	1	2	3	4	5	6
Solution mère de glucose (µl)	0	20	40	60	80	100
Eau distillée (µl)	100	80	60	40	20	0
Réactif d'anthrone (ml)	4	4	4	4	4	4

2.9.3. Dosage des lipides totaux

Les lipides totaux ont été déterminés selon la méthode de Goldsworthy *et al.* (1972), en utilisant le réactif sulfophosphovanillinique. Le dosage des lipides se fait sur des prises aliquotes de 100 µl des extraits lipidiques ou de gamme étalon auxquelles on évapore totalement le solvant puis on ajoute 1ml d'acide sulfurique concentré. Les tubes sont agités et mis pendant 10 mn dans un bain de sable à 100°C. Après refroidissement, on prend 200 µl de ce mélange auquel on ajoute 2,5 ml de réactif sulfophosphovanillinique. Après 30 mn à l'obscurité, la densité optique est lue dans un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 530 nm. Les lipides forment à chaud avec l'acide sulfurique, en présence de la vanilline et d'acide orthophosphorique, des complexes roses. La solution mère des lipides est préparée comme suit : on prend 2,5 mg d'huile de table (tournesol, 99% triglycérides) dans un tube eppendorf et on ajoute 1 ml d'éther/chloroforme (1V/1V) (Tableau 4).

Tableau 4. Dosage des lipides totaux chez les adultes de *T. granarium*: réalisation de la gamme d'étalonnage.

Tubes	1	2	3	4	5	6
Solution mère de lipides (µl)	0	20	40	60	80	100
Solvant (éther /chloroforme) (1V/1V)	100	80	60	40	20	0

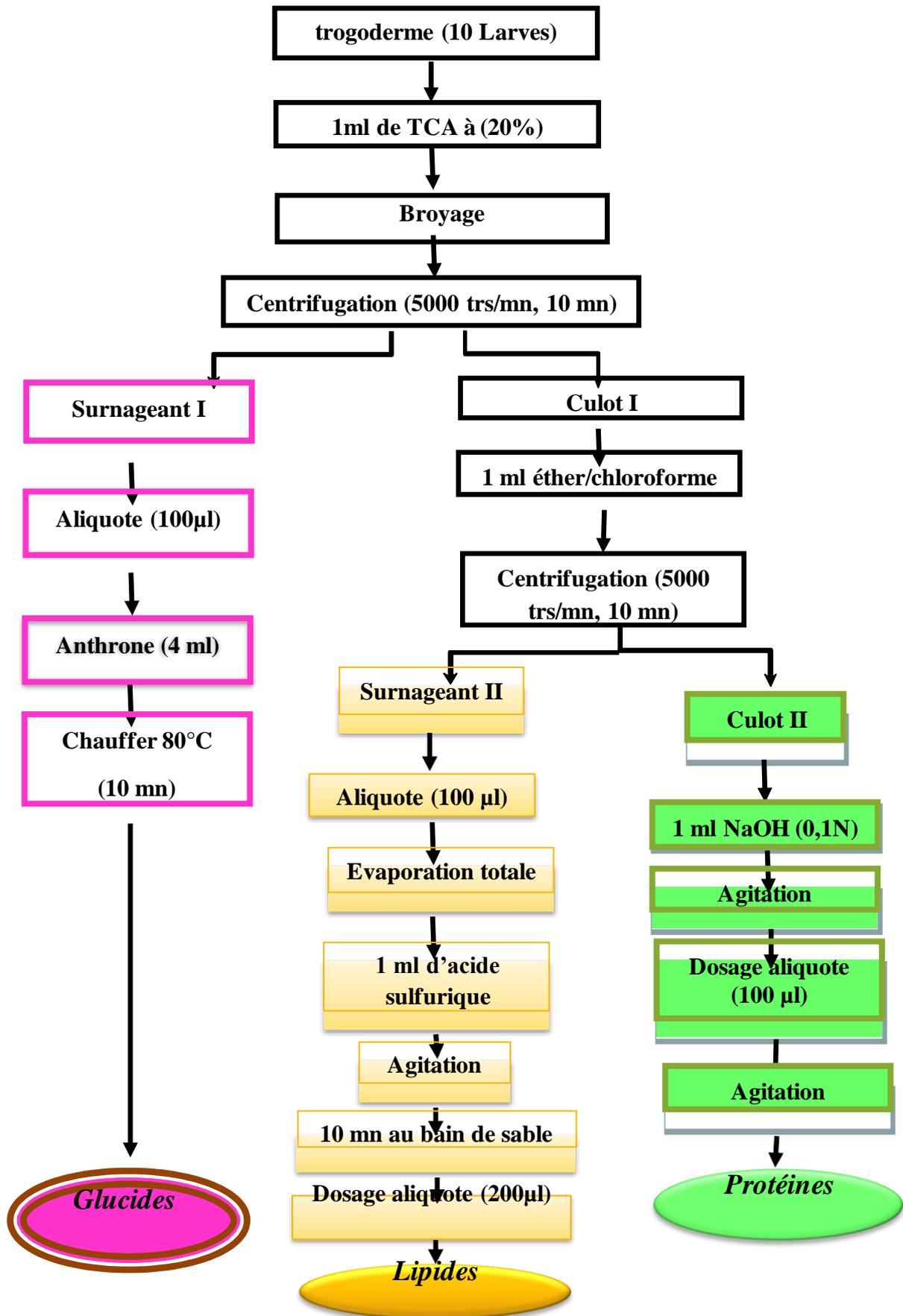


Figure 10. Extraction des glucides, protéines et lipides totaux (Shibko *et al.*, 1967).

2.10. Analyses statistiques

L'analyse statistique a été réalisée grâce au logiciel GRAPH PAD PRISM 7 et 8. Les résultats obtenus ont été exprimés par la moyenne \pm l'écart-moyen (SEM). Les quantités des métabolites (protéines, glucides et lipides) sont déterminées à partir des courbes d'étalonnage dont l'équation de la droite de régression exprime l'absorbance en fonction de la quantité du standard utilisé (albumine, glucose et l'huile de tournesol). L'analyse de la variance à un critère de classification et le test HSD de Tukey ont été utilisés.



Résultats

RESULTATS

III. RESULTATS

3.1. Rendement de l'huile essentielle

Les huiles essentielles extraites des feuilles de *C. limonum* de couleur verte, obtenue par hydrodistillation présentent un aspect liquide, limpide et jaune pâle et se caractérise par une forte odeur. L'HE recueillie par décantation est conservée à 4°C dans un petit flacon bien fermé en verre ombré. Le rendement enregistré est de l'ordre 2,81% (Tableau 5).

Tableau 5. Rendement et caractéristiques organoleptiques de l'HE extraite de *C. limonum*.

Rendement	Couleur	Odeur	Saveur	Solubilité
2,81%	Liquide limpide, Jaune pâle	Aromatique typique de citral	Aromatique et amère	Liposoluble

3.2. Essais toxicologiques

Les essais toxicologiques ont permis de déterminer l'efficacité de l'HE de *C. limonum* et de limonène, évaluée à partir de la mortalité enregistrée chez les larves de *T. granarium* à différentes périodes après traitement par différentes doses.

3.2.1. Essai toxicologique du limonène

Après un test de screening, différentes concentrations de limonène ont été appliquées sur les larves de *T. granarium* par fumigation (10, 20, 30 et 40 µl/l d'air) et par ingestion (5, 6, 7, 8 et 9 µl/l d'air). Des séries témoins sont réalisées en parallèles. Des séries témoins négatifs pour la fumigation et témoins positifs (acétone) pour l'ingestion sont réalisées simultanément (Tableaux 6 et 7).

Les mortalités corrigées enregistrées au cours des tests de toxicité par fumigation varient de 10% à 24 h jusqu'à 92,5% à 72 h pour la dose la plus faible (10 µl/l) et de 42,5% à 24h jusqu'à 100% à 72 h pour la plus forte dose (40 µl/l). Ces mortalités augmentent de façon significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement chez *T. granarium* traité par fumigation à 24 (F_{3,12} = 110,9 ; P<0,0001), à 48 (F_{3,12} = 72,2 ; P<0,0001), et à 72 h (F_{3,12} = 65,11 ; P<0,0001) après traitement.

Les résultats des mortalités corrigées obtenus après application de limonène par ingestion, révèlent des taux variant de 10% à 30 min jusqu'à 97,5% à 1h pour la dose la plus faible (5 µl/l) et de 27,5% à 30min jusqu'à 100% à 1h pour la plus forte dose (9µl/l). Ces mortalités augmentent de façon significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement chez *T. granarium* traité par ingestion à 30 min (F_{4, 15} = 81,28 ; P<0,0001), et à 1h (F_{4, 15} = 29,50 ; P<0,0001). Par ailleurs, aucune mortalité n'a été observée chez les séries témoins.

Les résultats montrent que le limonène appliqué par fumigation et par ingestion exerce une activité larvicide avec une relation dose-réponse à l'égard des larves de *T. granarium*. Le classement des doses par le test HSD de Tukey révèle l'existence de 4 groupes de moyennes à 24 et 72h et 3 groupes à 48 h pour les mortalités obtenues par fumigation. Par contre, le taux de mortalités enregistré après traitement par ingestion, met en évidence 4 groupes de moyennes à 30min et 2 groupes à 1 h.

La courbe dose-réponse (Fig. 11) exprimant le pourcentage de mortalités en fonction du logarithme des doses appliquées a permis l'estimation des concentrations létales (CL) (Tableau 8). De plus, on note que le limonène appliqué par ingestion a plus d'effet par rapport à l'application par fumigation.

Tableau 6. Effet de limonène appliqué par fumigation sur les larves de *T. granarium*, sur le taux de mortalité corrigée à différentes périodes après traitement (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Temps	10 µl/l	20 µl/l	30 µl/l	40 µl/l
24h	10,00 ± 5,00 a	27,50 ± 3,75 b	50,00 ± 5,00 c	92,50 ± 3,75 d
48h	35,00 ± 5,00 a	60,00 ± 5,00 b	72,00 ± 3,75 b	97,50 ± 3,75 c
72h	42,50 ± 7,50 a	67,50 ± 3,75 b	85,00 ± 5,00 c	100 ± 0,00 d

Tableau 7. Effet de limonène appliqué par ingestion sur les larves de *T. granarium*, sur le taux de mortalité corrigée à différentes périodes après traitement (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Temps	5 µl/ml	6 µl/ml	7 µl/ml	8 µl/ml	9 µl/ml
30min	10,00 ± 5,00 a	35,00 ± 5,00 b	62,50 ± 7,50 c	82,50 ± 7,50 d	97,50 ± 3,75 d
1h	27,50 ± 7,50 a	75,00 ± 5,00 b	82,50 ± 7,50 b	95,00 ± 3,75 b	100 ± 0,00 b

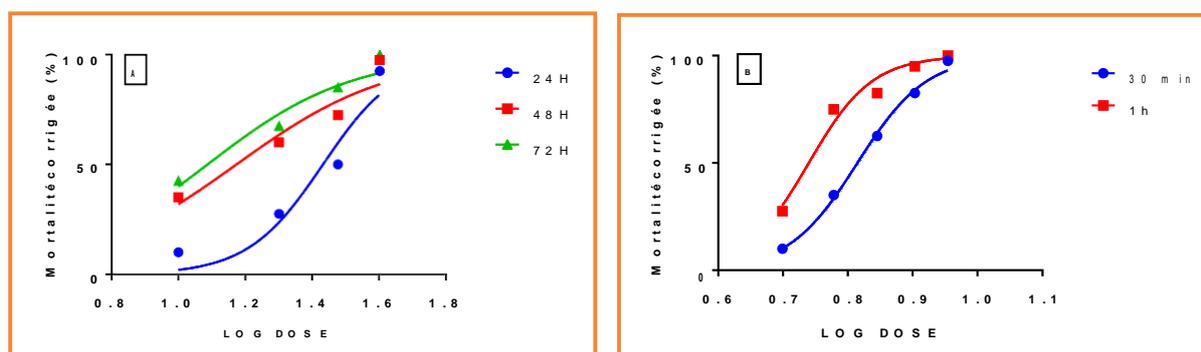


Figure 11. Effet de limonène appliqué par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les larves de *T. granarium* à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.

Tableau 8. Effet de limonène appliqué par fumigation et par ingestion sur les larves de *T. granarium* : analyse des probits.

Mode d'application	Temps	R ²	Hill Slope	CL ₂₅ IC (95%)	CL ₅₀ IC (95%)
Fumigation (µl/l d'air)	24h	0,92	3,85	[1,06 - 33,62] 20,33	[12,78 - 71,43] 27,02
	48h	0,91	1,88	[6,84 -18,41] 8,31	[0,004 - 25,65] 14,88
	72h	0,94	2,01	[0,23 -13,25] 7,07	[2,29 -1 8,88] 12,20
Ingestion (µl/ml)	30min	0,99	8,15	[5,42 - 5,95] 5,70	[6,31 - 6,52] 6,52
	1h	0,96	8,89	[4,14 - 5,29] 4,85	[5,07 - 5,85] 5,48

3.2.2. Essai toxicologique de l'HE de *C. limonum*

Après un test de screening, différentes concentrations de l'HE de *C. limonum* ont été appliquées sur les larves de *T. granarium* par fumigation (10, 20, 40 et 50 µl/l d'air) et par ingestion (0,5, 1, 2 et 4 µl/ml). Aucune mortalité n'a été observée dans les séries témoins.

Les mortalités corrigées enregistrées au cours des tests de toxicité par fumigation varient de 5% à 24 h jusqu'à 32,5% à 72 h pour la dose la plus faible (10 µl/l) et de 85% à 24h jusqu'à 97,5% à 72 h pour la plus forte dose (50 µl/l). Ces mortalités augmentent de manière significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement : 24 (F_{3,12} = 117,4; P<0,0001), 48 (F_{3,12} = 95,76 ; P<0,0001), et 72 h (F_{3,12} = 61,08 ; P<0,0001) après traitement (Tableau 9).

Les résultats des mortalités corrigées obtenus après application de l'HE de *C. limonum* par ingestion sont mentionnés dans le Tableau 10, ils révèlent des taux variant de 12,5% à 2h jusqu'à 35% à 6h pour la dose la plus faible (0,5 µl/l) et de 87,5% à 2h jusqu'à 97,5% à 6h pour la plus forte dose (4µl/l). Ces mortalités augmentent de façon significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement à 2h (F_{3,12} = 115,5; P<0,0001), à 4 h (F_{3,12} = 37,47; P<0,0001) et à 6h (F_{3,12} = 94,00; P<0,0001).

Les résultats montrent que le *C. limonum* appliqué par fumigation et par ingestion exerce une activité larvicide avec une relation dose-réponse à l'égard de *T. granarium*. Le classement des doses par le test HSD de Tukey révèle l'existence de 4 groupes de moyennes à 24 et 48h et 3 groupes à 72 h pour les mortalités obtenues par fumigation. Par contre, le taux de mortalités enregistré après traitement par ingestion, met en évidence 4 groupes de moyennes à 2h et 6h et 3 groupes à 4 h. La courbe dose-réponse (Fig. 12) exprimant le pourcentage des mortalités en fonction du logarithme des doses appliquées a permis l'estimation des concentrations létales

(CL) (Tableau 11). De plus, on note que l'ingestion est le mode d'application le plus efficace et que le limonène est le toxique par rapport à l'HE de *C. limonum*.

Tableau 9. Effet de l'HE de *C. limonum* appliquée par fumigation sur les larves de *T. granarium*, sur le taux de mortalité corrigée à différentes périodes après traitements (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Temps	10 µl/l	20 µl/l	30 µl/l	50 µl/l
24h	5,00 ± 5,00 a	45,00 ± 5,00 b	70,00 ± 5,00 c	85,00 ± 5,00 d
48h	17,50 ± 7,50 a	52,50 ± 3,75 b	75,00 ± 5,00 c	92,50 ± 3,75 d
72h	2,50 ± 7,50 a	60,00 ± 5,00 b	85,00 ± 5,00 c	97,50 ± 3,75 c

Tableau 10. Effet de l'HE de *C. limonum* appliquée par ingestion sur les larves de *T. granarium*, sur le taux de mortalité corrigée à différentes périodes après traitements (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Temps	0,5 µl/ml	1 µl/ml	2 µl/ml	4 µl/ml
2h	12,50 ± 3,75 a	37,50 ± 3,75 b	60,00 ± 5,00 c	87,50 ± 3,75 d
4h	25,00 ± 5,00 a	62,50 ± 12,50 b	70,00 ± 5,00 b	95,00 ± 5,00 c
6h	35,00 ± 5,00 a	65,00 ± 5,00 b	77,50 ± 3,75 c	97,50 ± 3,75 d

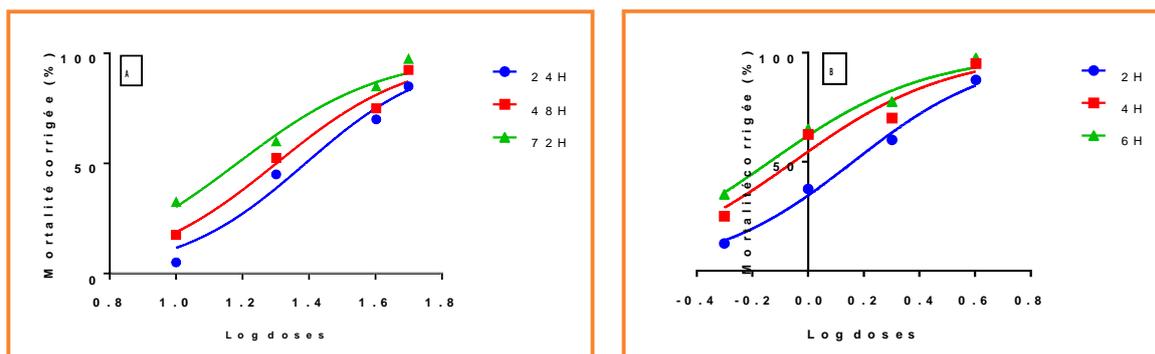


Figure 12. Effet de l'HE de *C. limonum* appliquée par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les larves de *T. granarium* à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.

Tableau 11. Effet de l'HE de *C. limonum* appliquée par fumigation et par ingestion sur les larves de *T. granarium* : analyse des probits.

Mode d'application	Temps	R ²	Hill Slope	CL ₂₅ IC (95%)	CL ₅₀ (µl/ml) IC (95%)
Fumigation (µl/l d'air)	24h	0,96	2,25	[5,86 - 25,45] 15,03	[15,53 - 36,94] 24,44
	48h	0,97	2,11	[5,12 - 18,69] 11,86	[13,25 - 28,21] 19,96
	72h	0,97	1,96	[3,26 - 13,89] 8,71	[9,37 - 21,28] 15,23
Ingestion (µl/ml)	2h	0,99	1,71	[0,48 - 1,07] 0,76	[1,11 - 1,88] 1,45
	4h	0,93	1,56	[0,00 - 0,95] 0,43	[0,16 - 1,74] 0,88
	6h	0,97	1,54	[0,08 - 0,61] 0,35	[0,37 - 1,07] 0,72

3.3. Effet répulsif des traitements

Les résultats de la répulsion du limonène et de l'HE de *C. limonum* à l'égard de *T. granarium* sont présentés dans le **Tableau 12**. Le pourcentage de répulsion marque une augmentation en fonction des concentrations appliquées. Les forts taux de répulsion (73,33%) sont observés à 30 min avec la plus forte concentration de l'HE (20µl/ml) et à 4h pour le limonène (93,33%). Ces pourcentages augmentent avec les concentrations appliquées de l'HE de citrus, par contre ils augmentent avec le temps d'exposition et avec les concentrations appliquées pour le limonène.

Tableau 12. Pourcentages (PR) et classes (CR) de répulsion de l'HE de *C. limonum* et de limonène testés sur *T. granarium*.

Concentrations	Temps	Limonène		HE	
		PR %	Classe	PR %	Classe
5 µl/ml	30min	26,66	2	40,00	2
	1h	33,33	2	40,00	2
	2h	40,00	2	26,66	2
	3h	46,66	3	20,00	1
	4h	66,66	4	13,33	1
10 µl/ml	30min	33,33	2	53,33	3
	1h	46,66	3	53,33	3
	2h	53,33	3	46,66	3
	3h	66,66	4	33,33	2
	4h	86,66	5	26,66	2
20 µl/ml	30min	53,33	3	73,33	4
	1h	53,33	3	66,66	4
	2h	66,66	4	60,00	3
	3h	73,33	4	53,33	3
	4h	93,33	5	40,00	2

3.4. Effet du traitement sur la composition biochimique

L'HE du *C. limonum* et la molécule bioactive limonène ont été appliquées par ingestion sur les larves de *T. granarium* avec deux concentrations létales (CL₂₅ et CL₅₀). Leurs effets ont été évalués sur la composition biochimique (protéines et réserves énergétiques) de cette espèce.

3.4.1. Effet sur le contenu en protéines totales

D'après les résultats représentés dans la **Figure 13**, le traitement par l'HE et le limonène a induit une diminution significative ($F_{4,10}=28,61 ; p<0,0001$). Le test HSD de tukey a permis de mettre en évidence 3 groupes de moyennes, un groupe constitué des témoins et des traités à la CL₂₅ de l'HE, un second groupe composé de la CL₅₀ de l'HE et la CL₂₅ du limonène, et un dernier groupe formé des traités à la CL₅₀ du limonène.

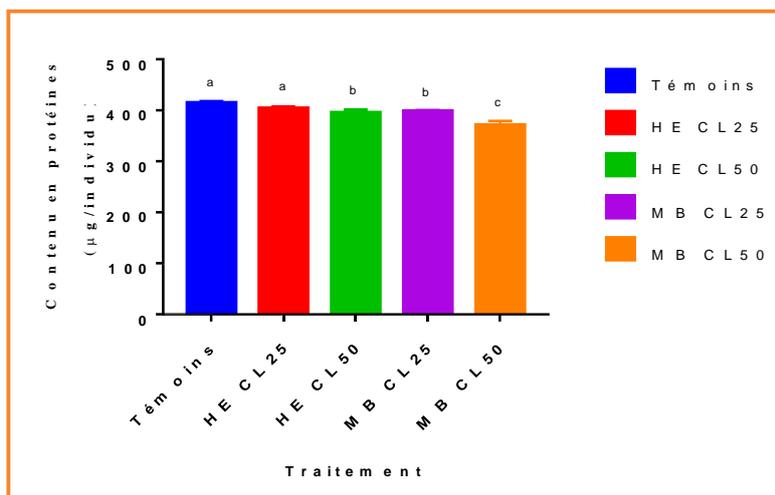


Figure 13. Effet de l’HE de *C. limonum* et de limonène (CL₂₅ et CL₅₀) appliqués par ingestion sur le contenu en protéines totales (µg/individu) chez les larves de *T. granarium* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.4.2. Effet sur le contenu en glucides totales

D’après les résultats représentés dans la **Figure 14**, l’application de l’HE *C. limonum* a provoqué une réduction du contenu en glucides chez toutes les séries traitées comparativement aux témoins ($F_{4, 10} = 50,14$; $P < 0,0001$). Par ailleurs, le test HSD de Tukey a révélé 2 groupes de moyennes, un groupe témoin et un groupe formé par les séries traitées ; aucune différence n’a été constatée entre les traitements.

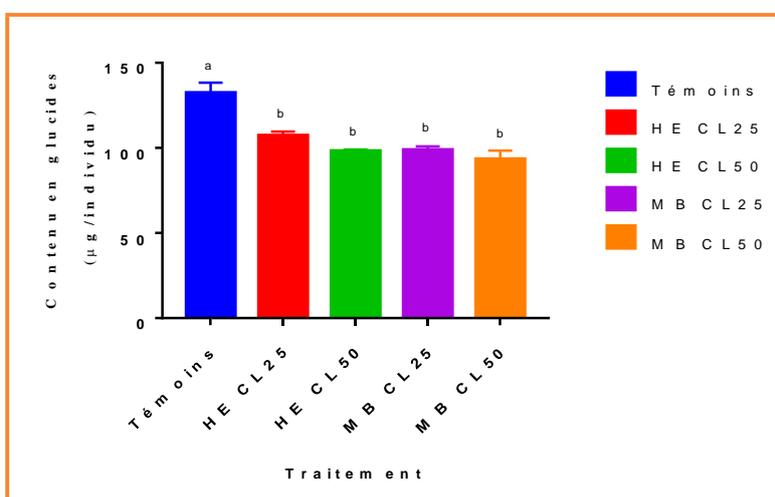


Figure 14. Effet de l’HE *C. limonum* et de limonène (CL₂₅ et CL₅₀) appliqués par ingestion sur le contenu en glucides totaux (µg/individu) chez les larves de *T. granarium* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.4.3. Effet sur le contenu en lipides totaux

Les résultats du contenu en lipides révèlent une diminution après traitement avec l’HE de *C. limonum* et avec le limonène ($F_{4, 10} = 783,3$; $P < 0,0001$) (**Fig. 15**). Le test HSD de Tukey a mis

en évidence 3 groupes de moyennes, un groupe témoin, un second groupe constitué des traités à la CL₂₅ de l'HE *C. limonum* et un dernier groupe formé des traités à la CL₅₀ de l'HE et les deux concentrations du limonène (CL₂₅, CL₅₀).

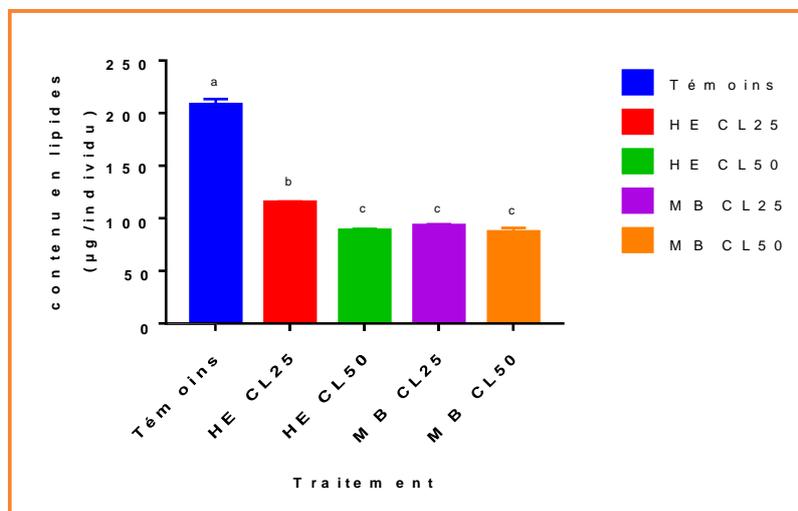


Figure 15. Effet de l'HE de *Citrus limonum* et de limonène (CL₂₅ et CL₅₀) appliqués par ingestion sur le contenu en lipides totaux (µg/individu) chez les larves de *T. granarium* ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

IV. DISCUSSION

4.1. Rendement en huile essentielle

Les plantes aromatiques et médicinales représentent une catégorie importante de produits forestiers non ligneux. Ces différentes plantes aromatiques sont caractérisées par la biosynthèse de molécules odorantes qui constituent ce qu'on appelle les huiles essentielles (HE) (Marchand, 2019). Les huiles essentielles ou huiles volatiles, sont des métabolites secondaires que les plantes aromatiques produisent habituellement pour combattre les infections et les parasites (Koroch *et al.*, 2007). Ces derniers peuvent être repartis au niveau des différentes parties des végétaux. La partie de la plante extraite (Organe végétal) peut affecter le rendement en huile essentielle, il est de 0,23% au niveau de l'écorce (Ghoorchibeigi *et al.*, 2017), 0,17% au niveau des feuilles (Yahaya, 2018) et 0,41% au niveau des fruits (Zarrad, 2013) de la même espèce.

Le rendement en huile essentielle obtenu par hydrodistillation des feuilles de *C. limonum* a enregistré une valeur de 2,81% au cours de notre étude. Plusieurs études réalisées sur le genre Citrus, montrent que le rendement en HE diffère d'une espèce à une autre (Tableau 13) et d'une région à une autre. Il est de 2,18% dans la même région de Tébessa (Guettal, 2021), de 0,94% dans la région de Constantine (Ouibrahim, 2014), de 1% dans la région de Annaba (Boughendjioua & Djeddi, 2014) et de 0,50% dans la région de Blida (Mekademi, 2019). Par ailleurs, le rendement de cette même plante présente également des variations d'un pays à un autre, il est de 1,30% en Tunisie (Bourgou *et al.*, 2012), de 0,2% en Egypte (Abdelgaleil *et al.*, 2015) et de 0,7% en France (Jeannot *et al.*, 2005).

Plusieurs facteurs peuvent avoir un impact direct sur le rendement en HE tels que la période et la saison de récolte, le climat, la zone géographique, et la durée de séchage (Vekiari *et al.*, 2002; Kelen & Tepe, 2008; Fathi & Sefidkon, 2012; Rocha *et al.*, 2014; Djenane, 2015; Verma *et al.*, 2015; Dosoky *et al.*, 2016; Da Silva *et al.*, 2017).

Tableau 13. Rendement des différentes espèces de Citrus.

Espèces	Rendement (%)	Références
<i>C. reticulata</i>	0,51	Hamdani <i>et al.</i> (2015)
<i>C. aurantium</i>	0,73	
<i>C. sinensis</i>	0,58	Hellal (2011)
<i>C. aurantium</i>	0,60	
<i>C. maxima</i>	0,07	Prasad <i>et al.</i> (2016)
<i>C. aurantifolia</i>	0,75	Abdelgaleil <i>et al.</i> (2015)
<i>C. paradisi</i>	0,12	

4.2. Toxicité des traitements

L'utilisation traditionnelle des plantes dans la lutte contre les déprédateurs des denrées stockées, en tant que répulsives des insectes a fait preuve de son efficacité. Ces pratiques ont démontré que les huiles essentielles et leurs constituants sont toxiques à l'égard d'un grand nombre d'insectes par contact et par fumigation (Saheb, 2007). Les huiles essentielles sont des messages chimiques utilisés par les plantes aromatiques pour interagir avec leur environnement. Elles permettent d'éloigner les maladies, les parasites, mais aussi de se protéger contre les rayonnements du soleil. Elles jouent également un rôle important dans la reproduction et la dispersion des espèces végétales puisqu'elles permettent d'attirer les insectes pollinisateurs (Couecou & Lapierre, 2001). Elles peuvent remplacer les insecticides classiques et semblent être capables de résoudre les problèmes de l'environnement causés par les pesticides de synthèse (Kim *et al.*, 2003). Ces derniers peuvent être utilisés seuls et à répétition sans potentiellement inciter le développement de la résistance chez les insectes (Rebiai, 2017).

Les HEs de Citrus ont été testées comme pesticides contre un certain nombre d'insectes (Melliou *et al.*, 2009 ; Michaelakis *et al.*, 2009 ; Suwansirisilp *et al.*, 2013 ; Campolo *et al.*, 2014). Plusieurs travaux ont mis en évidence l'activité insecticide de l'huile de *C. limonum* (Liu & Ho, 1999 ; Kim *et al.*, 2003 ; Haouas *et al.*, 2012).

L'activité biologique des huiles essentielles est liée à sa composition chimique qui détermine son niveau de toxicité (Akono *et al.*, 2016), cela peut varier considérablement en fonction de l'espèce végétale (Singh *et al.*, 2007 ; Yadavetal *et al.*, 2002). Les constituants majeurs des huiles essentielles ont des efficacités insecticides soit singulières ou lorsqu'elles sont mises ensemble. Il n'y a pas forcément synergie lorsque tous ces composés sont conditionnés ensemble, de même les efficacités ne sont pas les mêmes pour tous les insectes (Bekele & Hasanali, 2001). La composition chimique des HEs de Citrus diffère d'une espèce à une autre au sein d'un même genre, où ils ont identifié entre 25 à 60 composés avec comme constituant majoritaire, le Limonène. Hellal (2011) a montré la prédominance de ce même composé dans les HEs de *C. sinensis* (77,37%) et de *C. limonum* (51,4%). Notre étude a révélé l'effet toxique de l'huile essentielle de *Citrus limonum* et de son composé majoritaire, le limonène sur les larves de *Trogoderma granarium*.

Le Coléoptère *Trogoderma granarium*, est l'un des ravageurs les plus destructeurs des produits céréaliers stockés (Dwivedi & Shekhawat, 2004 ; Omar *et al.*, 2012). Les jeunes larves peuvent respirer par voie cutanée, par conséquent, l'efficacité de la toxicité par contact est plus levée

que la fumigation. De plus, la régulation des récepteurs membranaires ou encore les canaux ioniques ciblés par les insecticides peuvent jouer un rôle crucial pour expliquer les différences de sensibilité des insectes aux pesticides (Lavialle-Defaix *et al.*, 2010).

Des résultats similaires ont été observés chez *T. granarium* traité par *Citrus sinensis*, *Citrus aurantium*, *Citrus paradise* et *Citrus reticulata* (Sagheer *et al.*, 2013). *Citrus limonum* montre une activité insecticide élevée à l'égard de *Sitophilus oryzae* (Jayakumar *et al.*, 2017b). Les extraits et les huiles d'écorces d'orange, de citron vert et de citron ont montré également un potentiel toxique à l'égard des mouches domestiques (Palacios *et al.*, 2009), ainsi que les cafards et les moustiques (Ezeonu *et al.*, 2001). L'application des HEs extraite de *C. sinensis* provoque une mortalité des adultes de *T. castaneum*, *S. granarius* et *C. maculatus* et les résultats révèlent des taux de 391,28 ; 367,75 et 232,48 µl/l d'air respectivement correspondant à la CL₅₀ (Mahmoudvand *et al.*, 2011). L'extrait du zeste de citron et de lime ont également montré un potentiel insecticide important dans différentes études (Shalaby *et al.*, 1998; Mansour *et al.*, 2004; Siskos *et al.*, 2007; Palacios *et al.*, 2009; Karamaouna *et al.*, 2013. Abdelgaleil *et al.*, 2015. Campolo *et al.*, 2017) ont mis en évidence une forte activité insecticide des HEs d'écorces d'agrumes, *C. limonum*, *Citrus reticulata* et *C. sinensis* contre *Tuta absoluta*. De plus, les travaux de Bourgou *et al.* (2012) ont montré que *C. aurantifolia* est l'espèce d'agrumes qui présente une activité insecticide la plus élevée avec une CL₅₀ de 4,54%, suivie de *C. Limon* (6,95%) et *C. sinensis* (17,02%). Ils ont constaté que l'huile de *C. aurantifolia* contient la concentration la plus élevée de limonène qui pourrait être une raison de son activité toxique. Le Tableau présente la toxicité de différentes espèces de Citrus à l'égard de certaines espèces de ravageurs de stocks.

Tableau 14. Effet insecticide de certaines HEs de Citrus à l'égard de différentes espèces de Coléoptères, ravageurs des denrées stockées.

Plantes	CL (ppm)	Espèce	Références
<i>Citrus limonum</i>	CL ₅₀ : 24,33	<i>T. absoluta</i>	Zarrad <i>et al.</i> (2013)
	CL ₉₀ :39,20		
	CL ₅₀ : 68,10	<i>S. littoralis</i>	
	CL ₉₀ :101,52		
<i>Citrus aurantium</i>	CL ₅₀ :14,68	<i>T. absoluta</i>	
	CL ₉₀ :30,18		
	CL ₅₀ :55,49	<i>S. littoralis</i>	
	CL ₉₀ :86,09		
<i>Citrus reticulata</i>	CL ₅₀ :143,09	<i>C. maculatus</i>	Saeidi <i>et al.</i> (2014)
<i>Citrus limon</i>	CL ₅₀ :169,78		
<i>Citrus aurantium</i>	CL ₅₀ :110,13		

Le limonène, un monoterpène de la famille des terpénoïdes, est le composant majeur de l'huile extraite des écorces d'agrumes (Kim *et al.*, 2013). Plusieurs travaux ont confirmé sa toxicité contre différentes espèces de ravageurs (Ibrahim *et al.*, 2001). De plus, son efficacité a été signalé contre la cochenille sauvage du Maroc, *Dactylopius opuntiae* (Karr, 1989 ; Bouharroud *et al.*, 2018), contre *Dendroctonus frontalis* (Coléoptère : Scolytidae) (Coyne & Lott, 1976), contre les simulies, les moustiques et le charançon du niébé (*Callosobruchus phaseoli*) (Taylor & Vickery, 1974). Des formulations à base de limonène présentant une activité insecticide contre les fourmis, les araignées, les mouches, les chenilles, ont été mises au point (Aliouane, 2015). Le limonène possède une action sur la carapace (en chitine) des insectes, entraînant son ramollissement et ainsi la mort de l'insecte (Gelb *et al.*, 1995), ceci nous explique l'efficacité des tests de toxicité par contact par rapport aux tests par fumigation.

4.3. Effet répulsif des traitements

La répulsion est un mécanisme de défense exercé par les plantes contre les insectes (Jayakumar *et al.*, 2017b ; Adjou *et al.*, 2019). Les plantes sont naturellement dotées de médiateurs chimiques permettant la communication entre les espèces et présentant divers effets. Ainsi plus de 2000 espèces végétales dotées de propriétés insecticides sont identifiées. Ils affectent les principales fonctions métaboliques (Ngamo & Hance, 2007), biochimiques, physiologiques et comportementales des insectes (Mann & Kaufman, 2012). La toxicité et le potentiel répulsif des composés phytochimiques à l'égard des ravageurs dépendent de plusieurs facteurs tels que la composition chimique des huiles et la sensibilité de l'insecte (Casida & Quistad, 1995).

Nos résultats montrent que la molécule bioactive Limonène qui est un des composant majoritaire de l'HE de *Citrus limonum* a un pouvoir répulsif plus important vis à vis des larves de *T. granarium* par rapport à l'HE elle-même. Plusieurs travaux ont mis en évidence l'activité répulsive des extraits d'une multitude d'espèces de plantes à l'égard des ravageurs des denrées stockées (Akhtar *et al.*, 2013 ; Bilal *et al.*, 2015 ; Mossa, 2016 ; Plata Rueda *et al.*, 2018). Ces auteurs ont remarqué que les HEs les plus toxiques exhibent au même temps des effets répulsifs contre les insectes. Ce pouvoir répulsif est dépendant de la concentration et de la durée d'exposition et pourrait être attribué à des taux élevés des composés majoritaires tels que le Limonène et le Citral. Un certain nombre d'huiles essentielles présentent également une activité répulsive contre divers insectes ravageurs (Traboulsi *et al.*, 2005 ; Shaaya & Kostyukovysky, 2006 ; Kalita & Bholra, 2014 ; Nascimento *et al.*, 2017). Les travaux de Guettal (2021) ont révélé le potentiel répulsif de l'azadirachtine et de l'HE de *Citrus limonum* contre les adultes

de *S. granarius*. Muhammad Sagheer *et al.* (2013) ont également montré une activité répulsive de *Citrus sinensis*, *Citrus aurantium*, *Citrus paradise* et *Citrus reticulata* à l'égard de *Trogoderma granarium*. L'exposition de *Sitophilus oryzae* aux HEs de *Psidium guajava*, *Citrus reticulata*, *Citrus limon*, *Citrus sinensis* et *Azadirachta indica* a provoqué également des effets répulsifs avec une relation dose-réponse (Akhtar *et al.*, 2013).

Des études antérieures ont montré le pouvoir répulsif de plusieurs molécules bioactives contre les insectes telles que l'azadirachtine (Mordue *et al.*, 2005), contre *R. dominica* (Perera *et al.*, 2016 ; Tine *et al.*, 2017 ; Perera *et al.*, 2018) et *Tetranychus urticae* (Thongdon & Inprakhon., 2009 ; Park *et al.*, 2006). Le linalool, l'acétate de linalyl, l'Eugénol, le Thymol, le Cymol et le Méthyl chavicol ont une activité répulsive contre plusieurs insectes (Koul, 2008).

Tableau 15. Activités répulsives de certaines espèces de Citrus à l'égard de quelques ravageurs des denrées stockées.

Bioinsecticides	Espèces	PR (%)	Références
<i>Citrus limonum</i>	<i>Callosobruchus maculatus</i>	60,00	Boodram & Khan (2019)
<i>Citrus aurantifolia</i>		32,00	
<i>Citrus nobilis</i>	<i>Callosobruchus maculatus</i>	86,67	Harshani & Karunaratne (2019)
<i>Citrus medica</i>		65,00	
<i>Citrus reticulata</i>	<i>Sitophilus oryzae</i>	53,89	Akhtar <i>et al.</i> (2013)
<i>Citrus limonum</i>		51,25	
<i>Citrus sinensis</i>		50,91	
<i>Citrus limonum</i>	<i>Tenebrio molitor</i>	75,00	Wang <i>et al.</i> (2015)

4.4. Effet du traitement sur la composition biochimique

Chez les insectes, l'hémolymphe subit des modifications métaboliques diverses, au cours du développement (larve, pupa, adulte) effectivement ces variations sont liées aux différents états physiologiques de l'insecte comme la mue, la nymphose et la diapause (Nowosielski, 1965). Les extraits de plantes peuvent engendrer des perturbations biochimiques exprimées sur le plan quantitatif par une augmentation ou un déclin en différents métabolites (protéines, carbohydrates, lipides) (Yazdani *et al.*, 2013 ; Gnanamani & Dhanasekaran, 2017). Au moment où l'insecte entre en contact avec l'insecticide, ce dernier pénètre dans l'organisme et atteint, plus ou moins rapidement, au niveau cellulaire, les protéines et les enzymes cibles dont il entrave le fonctionnement normal (Haubruge & Amichot, 1998).

Les lipides qui font partie intégrante des parois cellulaires des insectes, contribuent également à certaines fonctions telles que la synthèse des hormones juvéniles et la métamorphose des larves en pupes et en adultes (Chapman & Chapman, 1998 ; Timmermann & Briegel, 1999 ;

Caroci *et al.*, 2004) et les glucides qui représentent une source d'énergie pour les organismes vivants, jouent un rôle structural (Wiens & Gilbert, 1967).

Les protéines jouent un rôle fondamental dans l'organisme de toutes les espèces biologiques vivantes connues (Mahler *et al.*, 1968). Elles sont nécessaires au développement, à la croissance et à l'accomplissement des activités vitales des insectes (Yazdani *et al.*, 2014). Elles assurent diverses fonctions, comme la régulation hormonale et le catabolisme enzymatique, et sont incorporées dans la structure cellulaire en même temps que les glucides et les lipides (Cohen, 2010 ; Sugumaran, 2010). La teneur de l'insecte en protéines dépend de sa synthèse et sa dégradation (Gnanamani & Dhanasekaran, 2017).

Nos résultats montrent que le traitement des larves de *T. granarium* par le limonène et l'HE de *C. limonum*, induit une perturbation du contenu en protéines en le diminuant. Des résultats similaires ont été enregistrés chez les adultes de *S. granarius* traité par *C. limonum* et l'azadirachtine et leur combinaison par fumigation et par ingestion (Guettal, 2021), chez *Spodoptera litura* traitée par l'azadirachtine (Huang *et al.*, 2004), chez *P. interpunctella* et *Helicoverpa armigera* traitées à l'HE d'*Artemisia annua* (Zamani *et al.*, 2011 ; Mojarab-Mahboubkar *et al.*, 2015), chez *Glyphodes pyloalis* traitée à l'huile de *L. angustifolia* (Yazdani *et al.*, 2013), chez les larves de *T. castaneum* soumises à la fumigation avec *Agastache foeniculum* (Ebadollahi *et al.*, 2013). Par contre, une augmentation des réserves protéiques a été observée chez *R. dominica* traité à l'azadirachtine (Tine *et al.*, 2017) et à l'*E. globulus* et *Artemisia herba-alba* (Shiva & Aref, 2015).

Cet épuisement est dû à un ou plusieurs facteurs, comme la réduction de la synthèse des protéines, une interférence des traitements avec les hormones régulatrices de la synthèse des protéines ou une augmentation de la dégradation des protéines pour détoxifier ces traitements. Donc la réduction des réserves protéiques peut être due à l'adoption physiologique de l'insecte pour compenser le stress causé par les insecticides (Ribeiro *et al.*, 2001).

Les glucides en tant qu'éléments énergétiques, jouent un rôle essentiel dans la physiologie des insectes et les taux de glycogène et de tréhalose dans les tissus et l'hémolymphe sont étroitement liés aux événements physiologiques comme la mue et la reproduction (Wiens & Gilber, 1967).

Au cours de notre étude, la teneur en glucides de l'insecte ravageur est significativement diminuée sous le stress exécuté par l'huile essentielle de Citrus et par le limonène. Des résultats similaires ont été obtenus chez *S. granarius* traité avec l'HE de *Citrus limonum* (Guettal *et al.*,

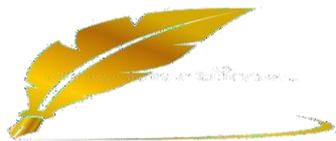
2020), chez *T. castaneum* et *Callosobruchus maculatus* traités avec les HEs de cardamome, de cannelle et de muscade (Tarigan & Harahap 2016), chez *T. castaneum* traité avec l'huile d'*A. foeniculum* (Ebadollahi et al., 2013), et chez *P. interpunctella* et *Helicoverpa armigera* traitées avec l'HE d'*A. annua* (Zamani et al., 2011 ; Mojarab-Mahboubkar et al., 2015).

La déplétion du glucose peut être due aux conditions de stress imposées à ces insectes qui ont besoin plus d'énergie pour couvrir les dépenses énergétiques via une induction par des neuropeptides (Gäde, 2004 ; MojarabMahboubkar et al., 2015). Elle peut également être due à une accélération de la glycogénolyse au niveau du corps adipeux, au transport du glycogène du corps gras à l'hémolymphe en réponse à l'épuisement énergétique lorsque les individus sont exposés à des toxines (Zibae, 2011).

Les lipides sont la principale source d'énergie chez les insectes (Keeley, 1985), pour l'entretien cellulaire, la reproduction, l'embryogenèse et la métamorphose. Ces réserves lipidiques semblent être la résultante d'un équilibre entre la prise de nourriture et les dépenses énergétiques indispensables pour certains processus (Beenackers et al., 1981).

Nos résultats ont montré que le traitement des larves de *T. granarium* avec l'HE de *C. limonum* ou le limonène provoque une diminution du contenu en lipides. Nos résultats sont en accord avec ceux obtenus par Guettal (2021) qui a signalé les mêmes observations chez *S. granarius* suite au traitement par le citron et l'azadirachtine. Des résultats similaires ont été observés également chez *T. granarium* traité par l'huile d'Eucalyptus (Brahmia & Yousfi, 2021) et chez *R. dominica* traité par *Schinus molle* (Soltani & Abbes, 2021) et chez les moustiques traités par *Artemisia annua* (Sharma et al., 2011).

L'épuisement de ce composant biochimique est dû au stress induit suite à l'exposition à un insecticide (Sancho et al., 1998 ; Rambabu & Rao, 1994) qui se traduit par une altération de leurs synthèse (Klowden, 2007), à un dysfonctionnement hormonal qui contrôle le métabolisme lipidique (Steel, 1981), à son utilisation (Sak et al., 2006), à la formation des lipoprotéines, à la réparation des dommages cellulaires et à l'augmentation de la lipolyse pour fournir de l'énergie (Lohar & Wright, 1993; Steele, 1985).



Conclusion

CONCLUSION

V. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les insectes ravageurs des denrées alimentaires, en particulier le *T. granarium*, peuvent entraîner une perte totale des stocks. Le moyen le plus courant pour limiter leurs activités est l'utilisation de pesticides chimiques. En raison des problèmes liés à l'utilisation de ces derniers et leur impact nocif sur la santé et l'environnement, le recours à des alternatives naturelles s'avère nécessaire.

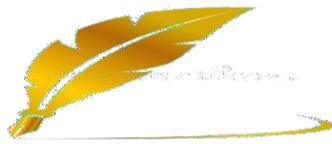
Le travail réalisé, nous a permis d'évaluer chez un ravageur des denrées stockées, *Trogoderma granarium*, l'effet d'une huile essentielle extraite de *Citrus limonum* et de son composé majoritaire, le limonène appliquée par ingestion et par fumigation. La toxicité, la répulsion et la composition biochimique des larves ont été déterminées.

Les essais toxicologiques réalisés par fumigation et par ingestion ont permis de déterminer les concentrations létales (CL₂₅ et CL₅₀). L'huile essentielle et le limonène présentent un effet larvicide avec une relation dose-réponse. De plus, le test de répulsion a permis de mettre en évidence le pouvoir répulsif de cette huile et de son constituant majoritaire.

L'étude de la composition biochimique a montré que ces deux traitements appliqués par ingestion induit un épuisement des réserves énergétiques (glucides et lipides) et une diminution du contenu en protéines chez les larves de *T. granarium*.

A l'avenir, il serait intéressant de compléter le présent travail en évaluant :

- L'effet de cette huile et de son composé majoritaire sur le comportement et le potentiel de reproduction chez les ravageurs.
- La synergie de cette huile et de son composé majoritaire.
- La persistance de ces deux produits.
- Leurs effets sur la physiologie et la biochimie de cette espèce.



Résumé

RESUME

VI. RESUME

Cette présente étude a pour but d'évaluer les activités insecticides d'une huile essentielle extraite de *Citrus limonum* et d'une molécule bioactive, le limonène à l'égard des larves de *T. granarium*. Les effets ont été examinés sur la mortalité, le potentiel répulsif et les paramètres biochimiques.

Les essais toxicologiques effectués par fumigation et par ingestion ont révélé un effet larvicide avec une relation dose réponse. De plus, le limonène est le traitement qui a plus d'effet sur cette espèce et l'ingestion est la méthode qui est plus efficace par rapport à la fumigation.

Le test de répulsion, a mis en évidence un pouvoir répulsif de ces deux traitements avec un effet marqué du limonène par rapport à l'HE de *C. limonum*. En outre, l'étude de la composition biochimique a montré que le traitement par l'HE et par le limonène a induit une diminution du contenu en protéines et des réserves énergétiques (glucides et lipides) comparativement aux témoins.

Mots clés : *Trogoderma granarium*, Huile essentielle, *Citrus limonum*, Limonène, Réserves énergétiques, Fumigation, Répulsion, Ingestion.

Abstract

The purpose of this study is to evaluate the insecticidal activities of an essential oil extracted from *Citrus limonum* and a bioactive molecule, limonene, with respect to *T. granarium* larvae. Effects were examined on mortality, repellency potential and biochemical parameters.

Toxicological testing by fumigation and ingestion revealed a larvicidal effect with a dose-response relationship. In addition, limonene is the most effective treatment for this species and ingestion is the most effective method compared to fumigation.

The repulsion test showed a repulsive power of these two treatments with a marked effect of limonene with respect to the HE of *C. limonum*.

In addition, the biochemical composition study showed that HE and limonene treatment induced a decrease in protein content and energy reserves (carbohydrates and lipids) compared to controls.

Keywords: *Trogoderma granarium*, Essential oil, *Citrus limonum*, Limonene, Energy reserves, Fumigation, Repulsion, Ingestion.

ملخص

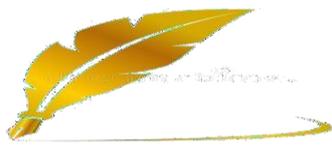
الغرض من هذه الدراسة هو تقييم فعالية المبيدات الحشرية للزيت الأساسي المستخرج من الليمون الحامض والجزء
الرشط بيولوجيا، limonène ، فيما يتعلق بقرقة T. granarium ثم فحص التأثيرات على معدل البويضات وإمكانيّة الطرد
والمعلّج البيولوجي.

كثرت اختبارات السمّية عن طريق البخير والبتال عن تأثير مبيد حشري مع علاقة السجبة للجرعة. بالإضافة إلى ذلك،
يعتبر limonène هو العالج الأكثر فعالية لهذا النوع والبتال هو الطريقة الأكثر فعالية مقارنة بالبخير.

أظهر اختبار النثر قوة مبيدة للطرد لهذين العالجان مع تأثير ملحوظ لـ limonène فيما يتعلق بالزيت الأساسي الليمون

بالإضافة إلى ذلك، أظهرت دراسة التركيب الكيمياء الحيوية أن العالج بالزيت الأساسي الليمون و limonène تسبب في
انخفاض محتوى البروتين واحتياطيات الطاقة (الكربوهيدرات والدهون) مقارنة بالضوابط.

الكلمات المفتاحية: زيت عطري، احتياطيات الطاقة، البخير، النور، البتال ، Trogoderma granarium ، Citrus
، limonène ، limonum



Références

Bibliographiques

VII. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- **Abdelgaleil, S. A. M., Badawy, M. E. I., Shawir, M. S. & Mohamed, M. I. E. (2015).** Chemical composition, fumigant and contact toxicities of essential oils isolated from Egyptian plants against the stored grain insects; *Sitophilus oryzae* L. and *Tribolium castaneum* (Herbst). Egyptian Journal of Biological Pest Control. 25(3): 639-647.
- **Adjou, E. S., Chougourou, D. & Soumanou, M. M. (2019).** Insecticidal and repellent effects of essential oils from leaves of *Hyptis suaveolens* and *Ocimum canum* against *Tenebroides mauritanicus* (L.) isolated from peanut in post-harvest. Journal of Consumer Protection and Food Safety. 14(1): 25-30.
- **Akhtar, M., Arshad, M., Raza, A. B. M., Chaudhary, M. I., Iram, N., Akhtar, N. & Mahmood, T. (2013).** Repellent effects of certain plant extracts against rice weevil, *Sitophilus oryzae* L. (Coleoptera : Curculionidae). International Journal of Agriculture and Applied Sciences. 5(1): 69-73.
- **Akono, P. N., Mbida, J. A. M., Dongmo, P. M. J., Tonga, C., Tchamga, L. A. D., Mounbain, F., Magne, G. T., Mache, P. N. & Kekeunou, S. (2016).** Chemical composition and insecticidal activity of essential oils of *Cinnamomum zeylanicum*, *Citrus grandis*, *Citrus medica* and *Citrus sinensis* leaves from Cameroon on *Anopheles gambiae* Giles, 1902. Journal of Entomology and Zoology Studies. 4(6): 17-23.
- **Aliouane, F. (2015).** Etude de l'extraction du limonène à partir des écorces d'orange (Doctoral dissertation, UMMTO).
- **Aref, S. P., Valizadegan, O., & Farashiani, M. E. (2015).** *Eucalyptus dundasii* Maiden essential oil, chemical composition and insecticidal values against *Rhyzopertha dominica* (F.) and *Oryzaephilus surinamensis* (L.). Journal of Plant Protection Research. 55(1).
- **Beenackers, A. M. T., Van der Horst, D. J. & Van Marrewijk, W. J. A. (1981).** Role of Lipids in Energy Metabolism. Energy Metabolism in Insects, Springer. 53-100.
- **Bekele, J., & Hassanali, A. (2001).** Blend effects in the toxicity of the essential oil constituents of *Ocimum kilimand scharicum* and *Ocimum kenyense* (Labiatae) on two post-harvest insect pests. Phytochemistry. 57(3) : 385-391.
- **Bilal, H., Akram, W., Hassan, S. A., Zia, A., Bhatti, A. R., Mastoi, M. I. & Aslam, S. (2015).** Insecticidal and repellent potential of citrus essential oils against *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera : Tenebrionidae). Pakistan Journal of Zoology. 47(4): 997-1002.
- **Boland, J., Koomen, I., Lidth de Jeude, J. V. & Oudejans, J. (2004).** Les pesticides : composition, utilisation et risques. Agrodok.
- **Boughendjioua, H. & Djeddi, S. (2014).** Biological activity of lemon essential oil used for skin care. European Journal of Scientific Research. 1 : 219-226.
- **Bourgou, S., Rahali, F. Z., Ourghemmi, I. & Saïdani Tounsi, M. (2012).** Changes of peel essential oil composition of four Tunisian Citrus during fruit maturation. The Scientific World Journal. doi: 10.1100/2012/528593

- **Bourgou, S., Rahai, F., Ourghemmi, I. & Tounsi, M. (2012).** Changes of peel essential oil composition of four Tunisian Citrus during fruit maturation. *The Scientific World Journal*. 1-10.
- **Bradford, M. (1976).** A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Analytical Biochemistry*. 72 (1-2) : 248-254.
- **Bouharroud, R., Sbaghi, M., Boujghagh, M. & El Bouhssini, M. (2018).** Biological control of the prickly pear cochineal *Dactylopius opuntiae* Cockerell (Hemiptera):
- **Campolo, O., Cherif, A., Ricupero, M., Siscaro, G., Grissa-Lebdi, K., Russo, A., Cucci, L. M., Di Pietro, P., Satriano, C. & Desneux, N. (2017).** Citrus peel essential oil nanoformulations to control the tomato borer, *Tuta absoluta* : Chemical properties and biological activity. *Scientific Reports*. 7(1): 1-10.
- **Campolo, O., Malacrinò, A., Zappalà, L., Laudani, F., Chiera, E., Serra, D., Russo, M. & Palmeri, V. (2014).** Fumigant bioactivity of five Citrus essential oils against *Tribolium confusum*. *Phytoparasitica*. 42(2): 223-233.
- **Caroci, A. S., Li, Y. & Noriega, F. G. (2004).** Reduced juvenile hormone synthesis in mosquitoes with low teneral reserves reduces ovarian previtellogenic development in *Aedes aegypti*. *Journal of Experimental Biology*. 207(15): 2685-2690.
- **Casida, J. E. & Quistad, G. B. (1995).** Pyrethrum flowers : Production, chemistry, toxicology, and uses. *International Symposium on Pyrethrum Flowers: Honolulu, Hawaii (USA)*. 48: 613-614.
- **Chapman, R. F. & Chapman, R. F. (1998).** *The insects : Structure and function*. Cambridge University Press.
- **Chehat, F. (2007).** Analyse macroéconomique des filières, la filière blés en Algérie. *Projet PAMLIM « Perspectives agricoles et agroalimentaires Maghrébines Libéralisation et Mondialisation »* Alger : 7-9 avril 2007.
- **Clevenger, J. F. (1928).** Apparatus for the determination of volatile oil. *The Journal of the American Pharmaceutical Association* (1912). 17(4) : 345-349.
- **Cohen, E. (2010).** Chapter 2 - Chitin Biochemistry : Synthesis, Hydrolysis and Inhibition. *Advances in Insect Physiology*. Academic Press. 38: 5-74.
- **Couecou, B. & Lapierre, L. (2001).** Transformation des fruits exotiques en jus: description des process et optimisation des qualités. *Fruitrop* (Ed. Française) (85) : 7-9. Journée professionnelle Technofruits 2001, Montpellier, France, 5 Septembre 2001. <http://technofruits2001.cirad.fr>
- **Coyne, J. F. & Lott, L. H. (1976).** Toxicity of substances in pine oleoresin to southern pine beetles [*Dendroctonus frontalis*, insect pests]. *Journal Georgia Entomological Society*. 11(4) : 301-305.
- **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.
- **Da Silva, G. S., Canuto, K. M., Ribeiro, P. R. V., de Brito, E. S., Nascimento, M. M., Zocolo, G. J. & de Jesus, R. M. (2017).** Chemical profiling of guarana seeds

(*Paullinia cupana*) from different geographical origins using UPLC-QTOF-MS combined with chemometrics. Food Research International. 102: 700-709.

- **Debuigne, G. & Couplan, F. (2006).** Petit Larousse des plantes qui guérissent : 500 plantes. Larousse.
- **Dispas, A., Desfontaine, V., Andri, B., Lebrun, P., Kotoni, D., Clarke, A. & Hubert, P. (2017).** La chromatographie en phase supercritique : une alternative aux méthodes de référence de la Pharmacopée Européenne. In 12e congrès francophone de l'AFSep sur les sciences séparatives et les couplages.
- **Djenane, D. (2015).** Chemical profile, antibacterial and antioxidant activity of Algerian citrus essential oils and their application in *Sardina pilchardus*. Foods. 4(2) : 208-228.
- **Dosoky, N. S., Satyal, P., Pokharel, S. & Setzer, W. N. (2016).** Chemical composition, enantiomeric distribution, and biological activities of *Rhododendron anthopogon* leaf essential oil from Nepal. Natural Product Communications. 11(12): 1895 - 1898.
- **Dris, D., Tine-Djebbar, F., Bouabida, H. & Soltani, N. (2017).** Chemical composition and activity of an *Ocimum basilicum* essential oil on *Culex pipiens* larvae : Toxicological, biometrical and biochemical aspects. South African Journal of Botany. 113: 362-369.
- **Duchateau, G. & Florkin, M. (1959).** Sur la tréhalosémie des insectes et sa signification. Archives Internationales de Physiologie et de Biochimie. 67(2) : 306-314.
- **Dwivedi, S. C. & Shekhawat, N. B. (2004).** Repellent effect of some indigenous plant extracts against *Trogoderma granarium* (Everts). Asian Journal of Experimental Science. 18(1) : 47-51
- **Ebadollahi, A., Khosravi, R., Sendi, J. J., Honarmand, P. & Amini, R. M. (2013).** Toxicity and physiological effects of essential oil from *Agastache foeniculum* (Pursh) Kuntze against *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera : Tenebrionidae) larvae. Annual Research and Review in Biology. 3(4): 649-658
- **Eliopoulos, P. A. (2013).** New approaches for tackling the khapra beetle. CAB Reviews. 8 : 1-13.
- **Ezeonu, F. C., Chidume, G. I. & Udedi, S. C. (2001).** Insecticidal properties of volatile extracts of orange peels. Bioresource Technology. 76(3) : 273-274.
- **Fathi, E. & Sefidkon, F. (2012).** Influence of drying and extraction methods on yield and chemical composition of the essential oil of *Eucalyptus sargentii*. Journal of Agricultural Science and Technology. 14: 1035-1042.
- **Foua-Bi, K. (1993).** Produits naturels utilisés dans la protection des stocks en Afrique noire. Protection naturelle des végétaux en Afrique. 85-100.
- **Gäde, G. (2004).** Regulation of intermediary metabolism and water balance of insects by neuropeptides. Annual Reviews in Entomology. 49(1) : 93-113.
- **Gelb, M.H., Tamanoi, F., Yokoyama, K., Ghomashchi, F., Esson, K. & Gould, M.N. (1995).** The inhibition of protein prenyltransferases by oxygenated metabolites of limonene and perillyl alcohol. Cancer Letters. 91 : 169.
- **Ghoorchibeigi, M. O. N. A., Larijani, K., Azar, P. A., Zare, K. & Mehregan, I. (2017).** Chemical composition and radical scavenging activity of *Citrus limon* peel essential oil. Oriental Journal of Chemistry. 33 : 458-461.

- **Gnanamani, R. & Dhanasekaran, S. (2017).** Efficacy of *Azadirachta indica* leaf extract on the biochemical estimation of a lepidopteran pest *Pericallia ricini* (Lepidoptera: Arctiidae). *World Applied Sciences Journal*. 35(2): 177-181.
- **Gnanamani, R. & Dhanasekaran, S. (2017).** Efficacy of *azadirachta indica* leaf extract on the biochemical estimation of a lepidopteran pest *Pericallia ricini* (Lepidoptera : Arctiidae). *World Applied Sciences Journal*. 35(2): 177-181
- **Goldsworthy, G. J., Mordue, W. & Guthkelch, J. (1972).** Studies on insect adipokinetic hormones. *General and Comparative Endocrinology*. 18(3) : 545-551.
- **Guettal, S., Tine, S., Hamaidia, K., Tine-Djebbar, F. & Soltani, N. (2021).** Effect of *Citrus limonum* essential oil against granary weevil, *Sitophilus granarius* and its chemical composition, biological activities and energy reserves. *International Journal of Tropical Insect Science*. 41(2) : 1531-1541.
- **Guèye, M.T., Seck, D., Wathelet, J.P. & Lognay, G. (2011).** Lutte contre les ravageurs des stocks de céréales et de légumineuses au Sénégal et en Afrique occidentale : synthèse bibliographique. *Biotechnology, Agronomy, Society and Environment*. 15(1): 183-194.
- **Hagstrum, D. W. & Subramanyam, B. (2009).** A review of stored-product entomology information sources. *American Entomologist*. 55(3) : 174-183
- **Hamdani, F. Z., Allem, R., Meziane, M., Setti, B., Ali Arous, S. & Bourai, M. (2015).** Chemical composition and antifungal activity of essential oils of Algerian citrus. *African Journal of Biotechnology*. 14(12): 1048-1055.
- **Haouas, D., Cioni, P. L., Halima-Kamel, M. B., Flamini, G. & Hamouda, M. H. B. (2012).** Chemical composition and bioactivities of three *Chrysanthemum* essential oils against *Tribolium confusum* (du Val) (Coleoptera : Tenebrionidae). *Journal of Pest Science*. 85(3): 367-379.
- **Haubruge, E. & Amichot, M. (1998).** Les mécanismes responsables de la résistance aux insecticides chez les insectes et les acariens. *Biotechnology Agronomy Society and Environment*. 2(3): 161-174
- **Háva, J. (2003).** World catalogue of the Dermestidae (Coleoptera) (Vol. 1). Tiskárna FLORA.
- **Hellal, Z. (2011).** Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). Mémoire de Magister en Biologie. Option: Biochimie Appliquée et Biotechnologies. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 78 p.
- **Hellal, Z. (2011).** Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*) (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
- **Huang, Z., Shi, P., Dai, J. & Du, J. (2004).** Protein metabolism in *Spodoptera litura* (F.) is influenced by the botanical insecticide azadirachtin. *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 80(2): 85-93.
- **Ibrahim M.A., Kainulainen P., Aflatuni A., Tilikkala K. & Holopainen J.K. (2001).** Insecticidal, repellent antimicrobial activity and phytotoxicity of essential oils: with special reference to limolene and its suitability for control of insect pests. *Agricultural and Food Science in Finland*. 10(3) : 243-259.

- **Jayakumar, Manickkam, Arivoli, S., Raveen, R. & Tennyson, S. (2017b).** Repellent activity and fumigant toxicity of a few plant oils against the adult rice weevil *Sitophilus oryzae* Linnaeus 1763 (Coleoptera : Curculionidae). *Journal of Entomology and Zoology Studies*. 5(2): 324-335.
- **Jeannot, V., Chahboun, J., Russell, D. & Baret, P. (2005).** Quantification and determination of chemical composition of the essential oil extracted from natural orange blossom water (*Citrus aurantium L. ssp. aurantium*). *International Journal of Aromatherapy*. 15: 94-97.
- **Kalita, S. & Bhola, R. K. (2014).** Repellency and toxicity of some plant extracts against *Tribolium castaneum* (Herbst). *Global Journal for Research Analysis*. 3(6): 216-217.
- **Karamaouna, F., Kimbaris, A., Michaelakis, A., Papachristos, D., Polissiou, M., Papatsakona, P. & Tsora, E. (2013).** Insecticidal activity of plant essential oils against the vine mealybug, *Planococcus ficus*. *Journal of Insect Science*. 13(142): 1- 13.
- **Karr, L.L. (1989)** Toxic properties of d-limonene in insects and the earthworm *Eisenia fetida*. Dissertations, University of Iowa, Ames, IA (US).
- **Keely, L.L. (1985).** Physiology and biochemistry of Fat body, pp. 211-248. In GA Kerkut & L. I. Gilbert (eds): *Comprehensive Insect Biochemistry, Physiology and Pharmacology*, vol. 3, Pergamon Press, Oxford. 181
- **Kéïta, S. M., Vincent, C., Schmit, J. P., Ramaswamy, S. & Bélanger, A. (2000).** Effect of various essential oils on *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). *Journal of Stored Products Research*. 36(4) : 355-364.
- **Kelen, M. & Tepe, B. (2008).** Chemical composition, antioxidant and antimicrobial properties of the essential oils of three *Salvia* species from Turkish flora. *Bioresource Technology*. 99(10) : 4096-4104.
- **Kellouche, A., Soltani, N., Kreiter, S., Auger, J. & Kreiter, P. (2005).** Activité biologique de quatre huiles végétales sur *Callosobruchus maculatus* (Fabricius) (Coleoptera: Bruchidae). In 7. Conférence internationale sur les ravageurs en agriculture.
- **Kim, Y.W., Kim, M.J., Chung, B.Y., Bang, D.Y., Lim, S.K., Choi, S.M. et al. (2013).** Safety evaluation and risk assessment of d-Limonene. *Journal of Toxicology and Environmental Health*. 16 : 17-38.
- **Kim, S. I., Roh, J. Y., Kim, D. H., Lee, H. S. & Ahn, Y. J. (2003).** Insecticidal activities of aromatic plant extracts and essential oils against *Sitophilus oryzae* and *Callosobruchus chinensis*. *Journal of Stored Products Research*. 39(3): 293-303.
- **Klowden, M.J. (2007).** Physiological systems in insects, *Amsterdam*: Elsevier, Academic Press. pp. 688.
- **Koroch, A. R., Rodolfo Juliani, H. & Zygadlo, J. A. (2007).** Bioactivity of essential oils and their components. *Flavours and fragrances*. 87-115.
- **Koul O., Walia, S. & Dhaliwal, G.S. (2008).** Essential oils as green pesticides: Potential and constraints. *Biopesticides International*. 4: 63-84.
- **Lavialle-Defaix, C., Moignot, B., Legros, C. & Lapied, B. (2010).** How does calcium-dependent intracellular regulation of voltage-dependent sodium current increase the sensitivity to the oxadiazine insecticide indoxacarb metabolite decarbomethoxylated. *Journal of Pharmacology and Experimental Therapeutics*. 333(1) : 264-72.

- **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* Motsch. and *Tribolium castaneum* (Herbst). *Journal of Stored Products Research*. 35(4) : 317-328.
- **Lohar, M. K. & Wright, D. J. (1993).** Changes in the lipid content in haemolymph, fat body and oocytes of malathion treated *Tenebrio molitor* L. Adult females. *Pakistan Journal of Zoology*. 25: 57–57.
- **Lowery, D. T. & Smirle, M. J. (2000).** Toxicity of insecticides to obliquebanded leafroller, *Choristoneura rosaceana*, larvae and adults exposed previously to neem seed oil. *Entomologia Experimentalis and Applicata*. 95(2): 201-207
- **Mahler, H. R. & Cordes, E. H. (1968).** *Biological Chemistry*. Harper and Row. New York. 600: 568.
- **Mahmoudvand, M., Abbasipour, H., Basij, M., Hosseinpour, M. H., Rastegar, F. & Nasiri, M. B. (2011).** Fumigant toxicity of some essential oils on adults of some stored-product pests. *Chilean Journal of Agricultural Research*. 1 : 71.
- **Mann, R. S. & E Kaufman, P. E. (2012).** Natural product pesticides: Their development, delivery and use against insect *vectors*. *Mini-Reviews in Organic Chemistry*. 9(2): 185-202.
- **Mansour, S. A., El-Sharkawy, A. Z. & Ali, A. R. (2004).** Botanical biocides. mosquitocidal activity of citrus peel oils with respect to their limonene content. *Egyptian Journal of Natural Toxins*. 1: 111-134.
- **Marchand, J. (2019).** Utilisation de l’aromathérapie dans le traitement du stress et de l’insomnie, Université de Lorraine, P 11-12.
- **Mathis, A. & Vincent, F. (2000).** Differential use of visual and chemical cues in predator recognition and threat-sensitive predator-avoidance responses by larval newts (*Notophthalmus viridescens*). *Canadian Journal of Zoology*. 78(9) : 1646-1652.
- **Matterne, V., Yvinec, J. H. & Gemehl, D. (1998).** Stockage de plantes alimentaires et infestation par les insectes dans un grenier incendié de la fin du IIe siècle après J.-C. à Amiens (Somme). *Revue Archéologique de Picardie*. 3(1) : 93-122.
- **Mawussi, G. (2008).** Bilan environnemental de l'utilisation de pesticides organochlorés dans les cultures de coton, café et cacao au Togo et recherche d'alternatives par l'évaluation du pouvoir insecticide d'extraits de plantes locales contre le scolyte du café (*Hypothenemus hampei* Ferrari). Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse.
- **Mc Donald, L. L., Guy, R. H. & Speirs, R. D. (1970).** Preliminary evaluation of new candidate materials as toxicants, repellents, and attractants against stored-product insects. *USDA Marketing Research Report*. 882.
- **Mekademi, K. (2019).** Effects of different acaricide treatments against *Varroa jacobsoni*. *International Journal of Biological Sciences and Research*. 2(1): 1-17.
- **Melliou, E., Michaelakis, A., Koliopoulos, G., Skaltsounis, A. L. & Magiatis, P. (2009).** High quality bergamot oil from Greece: Chemical analysis using chiral gas chromatography and larvicidal activity against the West Nile virus vector. *Molecules*. 14(2) : 839-849.

- **Michaelakis, A., Papachristos, D., Kimbaris, A., Koliopoulos, G., Giatropoulos, A. & Polissiou, M. G. (2009).** Citrus essential oils and four enantiomeric pinenes against *Culex pipiens* (Diptera: Culicidae). *Parasitology Research*. 105(3) : 769-773.
- **Mojarab-Mahboubkar, M., Sendi, J. J. & Aliakbar, A. (2015).** Effect of *Artemisia annua* L. essential oil on toxicity, enzyme activities, and energy reserves of cotton bollworm *Helicoverpa armigera* (Hübner) (Lepidoptera : Noctuidae). *Journal of Plant Protection Research*. 55(4): 371-377.
- **Mordue, L. A. J., Morgan, E. D. & Nusbet, A. J. (2005).** Azadiractin, a natural product in insect control. *Comprehensive Molecular Insect Science*. Elsevier. 6 : 117-135
- **Mossa, A. T. H. (2016).** Green pesticides: Essential oils as biopesticides in insect-pest management. *Journal of Environmental Science and Technology*. 9(5) : 354-378
- **Sagheer, M., Mansoor-ul-Hasan, Z. Ali, M. Yasir, Q. Ali, K. Ali, A. Majid. & Khan, F.Z.A. (2013).** Evaluation of essential oils of different citrus species against *Trogoderma granarium* (Everts) (Coleoptera: Dermestidae) collected from Vehari and Faisalabad districts of Punjab, Pakistan. *Pakistan Entomologist*. 35(1): 37-41.
- **Nansen, C., Meikle, W. G., Campbell, J., Phillips, T. W. & Subramanyam, B. (2008).** A binomial and species-independent approach to trap capture analysis of flying insects. *Journal of Economic Entomology*. 101(6) : 1719-1728.
- **Nascimento, A. M. D., Maia, T. D. S., Soares, T. E. S., Menezes, L. R. A., Scher, R., Costa, E. V., Cavalcanti, S. C. H. & La Corte, R. (2017).** Repellency and larvicidal activity of essential oils from *Xylopi laevigata*, *Xylopi frutescens*, *Lippia pedunculosa*, and their individual compounds against *Aedes aegypti* Linnaeus. *Neotropical Entomology*. 46(2): 223-230.
- **Nerio, L. S., Olivero-Verbel, J. & Stashenko, E. E. (2009).** Repellent activity of essential oils from seven aromatic plants grown in Colombia against *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera). *Journal of Stored Products Research*. 45(3) : 212-214.
- **Ngamo, T. S. L., Ngatanko, I., Ngassoum, M. B., Mapongmestsem, P. M. & Hance, T. (2007).** Persistence of insecticidal activities of crude essential oils of three aromatic plants towards four major stored product insect pests. *African Journal of Agricultural Research*. 2(4): 173-177.
- **Nowosielski, J. W. & Patton, R. L. (1965).** Variation in the haemolymph protein, amino acid, and lipid levels in adult house crickets, *Acheta domesticus* L., of different ages. *Journal of Insect Physiology*. 11(3): 263-270.
- **Omar, K., Muhammad, N., Faraj, N.M., Malik, S.A.A. & Al Farhani, M. I. (2012)** Effect of some medicinal plants extracts and cypermethrin against *Khapra Beetle* (*Trogoderma granarium* Everts). *Emirate Journal of Food Agriculture*. 24(2) : 120-127
- **Ouibrahim, A. (2014).** 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. Thèse de Doctorat en Toxicologie. Université Badji Mokhtar, Annaba, 32 p.
- **Palacios, S. M., Bertoni, A., Rossi, Y., Santander, R. & Urzúa, A. (2009).** Insecticidal activity of essential oils from native medicinal plants of Central Argentina against the house fly, *Musca domestica* (L.). *Parasitology Research*. 106(1) : 207-212.

- **Palacios, S. M., Bertoni, A., Rossi, Y., Santander, R. & Urzúa, A. (2009).** Efficacy of essential oils from edible plants as insecticides against the house fly, *Musca domestica* L. *Molecules*. 14(5): 1938-1947.
- **PAN Africa. 2003.** Les pesticides au Sénégal (2ème edn). PAN Africa ; 56p.
- **Park, I.K., Choi, K.S., Kim, D.H., Choi, I.H., Kim, L.S. et al. (2006).** Fumigant activity of plant essential oils and components from horseradish (*Armoracia rusticana*), anise (*Pimpinella anisum*) and garlic (*Allium sativum*) oils against *Lycoriella ingenua* (Diptera: Sciaridae). *Pest Management Science*. 62 : 723-728.
- **Pavela, R. (2005).** Insecticidal activity of some essential oils against larvae of *Spodoptera littoralis*. *Fitoterapia*. 76(7-8) : 691-696.
- **Perera, A., Karunaratne, M. & Chinthaka, S. D. M. (2016).** Utilization of *Ruta graveolens* and *Azadirachta indica* leaf powders and their binary combinations for the management of *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae) in stored maize in Sri Lanka. *Vidyodaya Journal of Science*. 20(1) :349-353.
- **Perera, A., Karunaratne, M. & Chinthaka, S. D. M. (2018).** Bioactivity and volatile profiling of *Azadirachta indica* leaves for the management of maize weevil, *Sitophilus zeamais* (Motsch) infestations. *Journal of Tropical Forestry and Environment*. 8(1): 10-24.
- **Philogène, B. J., Regnault-Roger, C. & Vincent, C. (2008).** Biopesticides d'origine végétale: bilan et perspectives. *Biopesticides d'origine végétale, 2e édition*, Lavoisier Tec & doc, Paris, France, 1-24.
- **Plata-Rueda, A., Campos, J. M., da Silva Rolim, G., Martínez, L. C., Dos Santos, M. H., Fernandes, F. L., Serrão, J. E. & Zanuncio, J. C. (2018).** Terpenoid constituents of cinnamon and clove essential oils cause toxic effects and behavior repellency response on granary weevil, *Sitophilus granarius*. *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 156: 263-270.
- **Prasad, A. D., Prasad, A. B., Prasad, K. D., Shetty, P. & Kumar, S. K. (2016).** GCMS compositional analysis of essential oil of leaf and fruit rind of *Citrus maxima* (Burm.) Merr. From Coastal Karnataka, India. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*. 6: 68-72.
- Dactylopiidae). *Bulletin OEPP*. 48 (2): 300-306.
- **Rambabu, J. P. & Rao, M. B. (1994).** Effect of an organochlorine and three organophosphate pesticides on glucose, glycogen, lipid, and protein contents in tissues of the freshwater snail *Bellamya dissimilis* (Müller). *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*. 53(1): 142-148.
- **Rebiai, G. (2017).** Etude de l'activité larvicide d'une plante *Ruta graveolens* à l'égard d'une espèce de moustique *Culiseta longiareolata* (Doctoral dissertation, Université Larbi Tebessi, Tébessa).
- **Rees, D. (2004).** Insects of stored products. CSIRO publishing.
- **Regnault-Roger, C., Philogène, B. J. & Vincent, C. (2005).** Biopesticides of Plant Origin. Lavoisier Publishing.

- **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.
- **Ribeiro, P. F., Johnson, B. K., Crow, M. L., Arsoy, A. & Liu, Y. (2001).** Energy storage systems for advanced power applications. *Proceedings of the IEEE*. 89(12): 1744- 1756.
- **Rocha, R. P., de Castro Melo, E., dos Santos, R. H. S., Cecon, P. R., Dallacort, R. & Santi, A. (2014).** Influence of plant age on the content and composition of essential oil of *Cymbopogon citratus* Stapf. *Journal of Medicinal Plants Research*. 8(37): 1121-1126.
- **Saeidi, M., Moharramipour, S. & Sefidkon, F. (2014).** Chemical composition and fumigant toxicity of three *citrus* essential oils against eggs, larvae and adults of *Callosobruchus maculatus* (Col. : Bruchidae). *Journal of Entomological Society of Iran*. 34(3): 17-25.
- **Saheb, D. (2007).** Activité acaricide de quatre huiles essentielles sur *Tetranychus cinnabarinus* Boisduval 1876 (Acari ; Tetranychidae) et contribution à l'étude de leur composition chimique par GC/MS, Mémoire de Magister, Institut national Agronomique d'El-Harrach - Alger, 83p.
- **Sak, O., Uckan, F. & Ergin, E. (2006).** Effects of *cypermethrin* on total body weight, glycogen, protein and lipid contents of *Pimpla turionellae* L. (Hymenoptera: Ichneumonidae). *Belgian Journal of Zoology*. 136 :53-58
- **Sancho, E., M.D., Ferrando, C., Fernandez. & E. andreu (1998).** Liver energy metabolism of *Anguilla anguilla* after exposure to fenitrothion. *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 41 : 168- 175.
- **Scott, I. M., Jensen, H. R., Philogène, B. J. & Arnason, J. T. (2008).** A review of *Piper* spp. (Piperaceae) phytochemistry, insecticidal activity and mode of action. *Phytochemistry Reviews*. 7(1) : 65-75.
- **Shaaya, E. & Kostyukovsky, M. (2006).** Essential oils : Potency against stored product insects and mode of action. *Stewart Postharvest Review*. 4(5): 1-6.
- **Shalaby, A. A., Allam, K. A., Mostafa, A. A. & Fahmy, S. M. (1998).** Insecticidal properties of citrus oils against *Culex pipiens* and *Musca domestica*. *Journal of the Egyptian Society of Parasitology*. 28(2): 595-606.
- **Sharma, P., Mohan, L., Dua, K. K. & Srivastava, C. N. (2011).** Status of carbohydrate, protein and lipid profile in *the mosquito* larvae treated with certain phytoextracts. *Asian Pacific Journal of Tropical Medicine*. 4(4): 301-304.
- **Shibko, S., Koivistoinen, P., Tratnyek, C.A., Newhall, A.R. & Friedman, L. (1966).** A method for sequential quantitative separation and determination of protein, RNA, DNA, Lipid, and glycogen from a single rat liver homogenate or from a subcellular fraction. *Analytical Biochemistry*. 19 : 514-528.
- **Singh, S., Kumar, S., Sunil, K. & Ram P. (2007).** Toxicological and biochemical alterations of *cypermethrin* (synthetic pyrethroids) against fresh water Teleost Fish *Colisa fasciatus* at different season. *World Journal of Zoology*. 5 (1) : 25- 32.

- **Siskos, E. P., Konstantopoulou, M. A., Mazomenos, B. E. & Jervis, M. (2007).** Insecticidal activity of *Citrus aurantium* fruit, leaf, and shoot extracts against adult olive fruit flies (Diptera : Tephritidae). *Journal of Economic Entomology*. 100(4): 1215-1220.
- **Steele, J.E. (1981).** The role of carbohydrate metabolism in physiological function. *Energy Metabolism in Insects*. Springer. 101-133.
- **Steele, J.E. (1985).** Hormonal modulation of Carbohydrate and lipid metabolism in fat body. In: Locke M, Smith DS (ed). *Insect Biology in future*, Academic press, New York. 253-271.
- **Sugumaran, M. (2010).** Chapter 5- Chemistry of *Cuticular Sclerotization*. *Advances in Insect Physiology*. Academic Press. 39 :151-209
- **Suwansirisilp, K., Visetson, S., Prabaripai, A., Tanasinchayakul, S., Grieco, J. P., Bangs, M. J. & Chareonviriyaphap, T. (2013).** Behavioral responses of *Aedes aegypti* and *Culex quinquefasciatus* (Diptera: Culicidae) to four essential oils in Thailand. *Journal of Pest Science*. 86(2) : 309-320.
- **Tapondjou, A. L., Adler, C. F. D. A., Fontem, D. A., Bouda, H. & Reichmuth, C. H. (2005).** Bioactivities of cymol and essential oils of *Cupressus sempervirens* and *Eucalyptus saligna* against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium confusum* du Val. *Journal of Stored Products Research*. 41(1) : 91-102.
- **Tarigan, S. I. & Harahap, I. S. (2016).** Toxicological and physiological effects of essential oils against *Tribolium castaneum* (Coleoptera : Tenebrionidae) and *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Bruchidae). *Journal of Biopesticides*. 9(2): 135-147.
- **Taylor, W. E. & Vickery, B. (1974).** Insecticidal properties of limonene, a constituent of citrus oil. *Ghana Journal of Agricultural Science*. 7 : 61-62.
- **Thongdona, J. & Inprakhon, P. (2009).** Composition and biological activities of essential oils from *Limnophila geoffrayi* Bonati. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*. 25: 1313-1320.
- **Timmermann, S. E. & Briegel, H. (1999).** Larval growth and biosynthesis of reserves in mosquitoes. *Journal of Insect Physiology*. 45(5): 461-470.
- **Tine, S., Halaimia, A., Chechoui, J. & Tine-Djebbar, F. (2017).** Fumigant Toxicity and repellent effect of *azadirachtin* against the lesser grain beetle, *Rhyzopertha dominica* (F.) (Col. : Bostrichidae). *Euro-Mediterranean Conference for Environmental Integration*. 399-401.
- **Traboulsi, A. F., El-Haj, S., Tueni, M., Taoubi, K., Nader, N. A. & Mrad, A. (2005).** Repellency and toxicity of aromatic plant extracts against the mosquito *Culex pipiens molestus* (Diptera: Culicidae). *Pest Management Science: Formerly Pesticide Science*. 61(6): 597-604
- **Vekiari, S. A., Protopapadakis, E. E., Papadopoulou, P., Papanicolaou, D., Panou, C. & Vamvakias, M. (2002).** Composition and seasonal variation of the essential oil from leaves and peel of a Cretan lemon variety. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 50(1) : 147-153.
- **Verma, R. S., Padalia, R. C. & Chauhan, A. (2015).** Harvesting season and plant part dependent variations in the essential oil composition of *Salvia officinalis* L. grown in northern India. *Journal of Herbal Medicine*. 5(3): 165-171.

- **Waongo, A., Yamkoulga, M., Dabire-Binso, C. L., Ba, M. N. & Sanon, A. (2013).** Conservation post-récolte des céréales en zone sud-soudanienne du Burkina Faso: Perception paysanne et évaluation des stocks. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*. 7(3) : 1157-1167.
- **Wiens, A. W. & Gilbert, L. I. (1967).** The phosphorylase system of the silkmoth, *Hyalophora cecropia*. *Comparative Biochemistry and Physiology*. 21(1): 145-159.
- **Wiens, A. W. & Gilbert, L. I. (1967).** The phosphorylase system of the silkmoth, *Hyalophora cecropia*. *Comparative Biochemistry and Physiology*. 21(1): 145-159.
- **Xie, Y. S., Fields, P. G., Isman, M. B., Chen, W. K. & Zhang, X. (1995).** Insecticidal activity of *Melia toosendan* extracts and toosendanin against three stored-product insects. *Journal of Stored Products Research*. 31(3) : 259-265.
- **Yadavetal, R., Srivastava V.K., Chandra R. & Singh A. (2002).** Larvicidal activity of latex and stem bark of *Euphorbia tirucalli* plant on the mosquito *Culex quinquefasciatus*. *J. Commun. Dis.* 34(4): 264-269.
- **Yahaya, M. F., Kubmarawa, D., Yelwa, J. M. & Runde, M. (2018).** Antioxidant and antimicrobial activity of essential oils extracted from aromatic plants. *World Scientific News*. 111: 13-25.
- **Yazdani, E., Sendi, J. J. & Hajizadeh, J. (2014).** Effect of *Thymus vulgaris L.* and *Origanum vulgare L.* essential oils on toxicity, food consumption, and biochemical properties of lesser mulberry pyralid *Glyphodes pyloalis* Walker (Lepidoptera: Pyralidae). *Journal of Plant Protection Research*. 54(1): 53-61
- **Yazdani, E., Sendi, J. J., Aliakbar, A. & Senthil-Nathan, S. (2013).** Effect of *Lavandula angustifolia* essential oil against lesser mulberry pyralid *Glyphodes pyloalis* Walker (Lep: Pyralidae) and identification of its major derivatives. *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 107(2): 250-257
- **Zamani, S., Sendi, J.J. & Ghadamyari, M. (2011).** Effect of *Artemisia Annuia L.* (Asterales: Asteraceae) essential oil on mortality, development, reproduction and energy reserves of *Plodia interpunctella* (Hübner). (Lepidoptera: Pyralidae). *Journal of Biopesticides and Biofertilizers*. 2(105): 1-6
- **Zamani, S., Sendi, J.J. & Ghadamyari, M. (2011).** Effect of *Artemisia Annuia L.* (Asterales: Asteraceae) essential oil on mortality, development, reproduction and energy reserves of *Plodia Interpunctella* (Hübner). (Lepidoptera: Pyralidae). *Journal of Biopesticides and Biofertilizers*. 2(105): 1-6.
- **Zarrad, K., Chaieb, I., Tayeb, W., Imed, C., Laarif, A., Hammami, M. & Haouala, R. (2013).** Bio-insecticidal potential of essential oils of two *Citrus species* against two Greenhouse pests *Tuta absoluta*. *Microbiologie Hygiène Alimentaire*. 25(73): 84-88.
- **Zarrad, K., Chaieb, I., Tayeb, W., Imed, C., Laarif, A., Hammami, M. & Haouala, R. (2013).** Bio-insecticidal potential of essential oils of two *Citrus species* against two Greenhouse pests *Tuta absoluta*. *Microbiologie Hygiène Alimentaire*. 25(73): 84-88.
- **Zibae, A. (2011).** Botanical insecticides and their effects on insect biochemistry and immunity, pp. 55-68. In M. Stoytcheva (ed.), *Pesticides in the modern world-pests control and pesticides exposure and toxicity assessment*. Intech, Paris, France.