



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 : Biologie des Êtres Vivants

Laboratoire Eau et Environnement

THESE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE DOCTORAT LMD

Spécialité : BIOLOGIE ANIMALE

Option : Physiologie Animale Appliquée à la Santé et l'Environnement

Thème

Effets de deux biopesticides d'origine végétale sur un ravageur des denrées stockées

Présentée par : Mme. GUETTAL SALIMA

Membres de Jury :

Pr. TINE-DJEBBAR Fouzia	U. Larbi Tébessi-Tébessa	Présidente
Dr. TINE Samir	U. Larbi Tébessi-Tébessa	Directeur de Thèse
Pr. SOLTANI Noureddine	U. Badji Mokhtar-Annaba	Examineur
Pr. LOUCIF Wahida	U. Badji Mokhtar-Annaba	Examinatrice
Pr. NEFFAR Souad	U. Larbi Tébessi-Tébessa	Examinatrice
Pr. TALEB Salima	U. Larbi Tébessi-Tébessa	Examinatrice

Année universitaire : 2020/2021

Remerciements

Avant tout, je remercie **ALLAH** de m'avoir donné le courage et la force de mener à bien ce travail.

J'adresse aussi tous mes remerciements à **M. Noureddine SOLTANI** (Professeur au Département de Biologie et Directeur du Laboratoire de Biologie Animale Appliquée, Université d'Annaba) pour avoir accepté de participer à ce jury de thèse et de me faire l'honneur de juger ce travail. Je lui adresse mes sincères remerciements ainsi que ma profonde gratitude.

C'est un devoir d'exprimer toute ma gratitude et une infinie reconnaissance à mon encadrant **M. Samir TINE** (Maître de conférences au Département de Biologie des êtres vivants, Université de Tébessa). Il a su guider et diriger avec clairvoyance et autorité scientifique sur place à Tébessa, la réalisation de cette thèse. Merci pour ses encouragements, ses conseils et sa patience.

J'adresse aussi tous mes remerciements à **Mme Fouzia TINE** (Professeur au Département de Biologie des êtres vivants, Université de Tébessa). Je lui suis également reconnaissante pour le temps qu'elle m'a accordé, ses qualités pédagogiques et scientifiques, sa franchise et sa sympathie. J'ai beaucoup appris à ses côtés et je lui adresse ma gratitude pour tout cela.

Mes plus vifs remerciements et toute ma considération à **Mme Wahida AYAD-LOUCIF** (Professeur à l'Université d'Annaba) qui a bien voulu accepter d'être membre de ce même jury et de me faire l'honneur de juger ce travail.

Toute ma considération à l'égard de **Mme Souad NEFFAR** (Professeur au Département de Biologie des êtres vivants, Université de Tébessa) qui m'a fait l'honneur de juger le présent travail.

Mes plus vifs remerciements vont à **Mme Salima TALEB** (Professeur au Département de Biologie Appliquée, Université de Tébessa) qui a bien voulu accepter d'être membre du jury et de me faire l'honneur de juger ce travail.

Nos remerciements s'adressent également à tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

Dédicace

- À mes parents
- À mon mari
- À mes filles
- À mes sœurs Norhane & Djihane
- À ma chère amie Hiba Chettat

Merci 

Salima

TABLE DES MATIERES

SOMMAIRE

I. INTRODUCTION	1
II. MATERIEL ET METHODES	6
2.1. Présentation de <i>Sitophilus granarius</i> (Linné, 1758)	6
2.2. Collecte et élevage	6
2.3. Présentation de <i>Citrus limonum</i> (Burm, 1768)	7
2.4. Présentation de l'azadirachtine	7
2.5. Extraction et rendement de l'HE de <i>C. limonum</i>	8
2.6. Analyse de l'HE par CPG-SM	9
2.7. Traitement et bioessais	10
2.7.1. Toxicité par fumigation	10
2.7.2. Toxicité par ingestion	11
2.8. Test de répulsion	12
2.9. Dosage des biomarqueurs	13
2.9.1. Dosage des glutathion S-transférases	13
2.9.2. Dosage du glutathion	14
2.9.3. Dosage de la catalase	15
2.10. Extraction et dosage des constituants biochimiques	16
2.10.1. Dosage des protéines totales	16
2.10.2. Dosage des glucides totaux	16
2.10.3. Dosage des lipides totaux	17
2.11. Détermination de l'indice d'épuisement des réserves énergétiques	17
2.12. Test de persistance	18
2.13. Détermination de la synergie	18
III. RESULTATS	19
3.1. Rendement de l'huile essentielle	19
3.2. Composition chimique de l'huile essentielle	19
3.3. Essais toxicologiques à l'égard des adultes de <i>S. granarius</i>	21
3.3.1. Essai insecticide de l'HE de <i>C. limonum</i>	21
3.3.2. Essai insecticide de l'azadirachtine	23
3.3.3. Essai insecticide de la combinaison	25

3.3.4. Efficacité comparée des traitements	27
3.4. Effet répulsif des traitements à l'égard des adultes de <i>S. granarius</i>	28
3.5. Effets des traitements sur les biomarqueurs	29
3.5.1. Effet sur l'activité spécifique GSTs	29
3.5.1.1. Effet de l'azadirachtine	29
3.5.1.2. Effet de <i>Citrus limonum</i>	30
3.5.1.3. Effet combiné	31
3.5.1.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation	32
3.5.1.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion	33
3.5.2. Effet sur le taux de la GSH	34
3.5.2.1. Effet de l'azadirachtine	34
3.5.2.2. Effet de <i>Citrus limonum</i>	34
3.5.2.3. Effet combiné	35
3.5.2.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation	36
3.5.2.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion	37
3.5.3. Effet sur l'activité spécifique de la catalase	38
3.5.3.1. Effet de l'azadirachtine	38
3.5.3.2. Effet de <i>Citrus limonum</i>	39
3.5.3.3. Effet combiné	40
3.5.3.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation	41
3.5.3.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion	42
3.6. Effet des traitements sur les protéines totales	43
3.6.1. Effet de l'azadirachtine	43
3.6.2. Effet de <i>Citrus limonum</i>	44
3.6.3. Effet combiné	45
3.6.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation	45
3.6.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion	46
3.7. Effet des traitements sur les réserves énergétiques	47
3.7.1. Effet de l'azadirachtine	48
3.7.2. Effet de <i>Citrus limonum</i>	49
3.7.3. Effet combiné	49

3.7.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation	50
3.7.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion	51
3.8. Effet des traitements sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques	52
3.8.1. Effet de l'azadirachtine	53
3.8.2. Effet de <i>Citrus limonum</i>	53
3.8.3. Effet combiné	54
3.8.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation	54
3.8.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion	55
3.9. Persistance de l'activité résiduelle des traitements	56
3.10. Rapport synergique des traitements	58
IV. DISCUSSION	60
4.1. Rendement de l'huile essentielle	60
4.2. Composition chimique de l'huile essentielle	61
4.3. Toxicité des traitements	64
4.4. Effet répulsif des traitements	69
4.5. Effet du traitement sur les biomarqueurs	73
4.5.1. Effet sur l'activité spécifique des GSTs	74
4.5.2. Effet sur le taux de la GSH	75
4.5.3. Effet sur l'activité spécifique de la catalase	77
4.6. Effet du traitement sur la composition biochimique	78
4.6.1. Effet sur les protéines	79
4.6.2. Effet sur les réserves énergétiques et le taux d'épuisement	81
4.7. Persistance de l'activité biologique des traitements	84
4.8. Rapport synergique (SR) de la combinaison	86
V. CONCLUSION ET PERSPECTIVES	89
RESUMES	
Français	91
Anglais	92
Arabe	93
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	94
ANNEXES	
PRODUCTION SCIENTIFIQUE	139

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES TABLEAUX

Tableaux	Titres	P
Tableau 1.	Classement de Mc Donald <i>et al.</i> (1970) selon les pourcentages de répulsion.	12
Tableau 2.	Dosage des protéines totales chez les adultes de <i>S. granarius</i> : réalisation de la gamme d'étalonnage.	16
Tableau 3.	Dosage des glucides totaux chez les adultes de <i>S. granarius</i> : réalisation de la gamme d'étalonnage.	17
Tableau 4.	Dosage des lipides totaux chez les adultes de <i>S. granarius</i> : réalisation de la gamme d'étalonnage.	17
Tableau 5.	Rendement et caractéristiques organoleptiques de l'HE extraite de <i>Citrus limonum</i> .	19
Tableau 6.	Composition chimique de l'HE de <i>C. limonum</i> : temps de rétention (TR) et concentrations (%) des différents constituants.	19
Tableau 7.	Efficacité de l'HE de <i>C. limonum</i> appliquée sur les adultes de <i>S. granarius</i> : analyse des probits.	23
Tableau 8.	Efficacité de l'azadirachtine appliquée sur les adultes de <i>S. granarius</i> : analyse des probits.	25
Tableau 9.	Efficacité de la combinaison appliquée sur les adultes de <i>S. granarius</i> : analyse des probits.	27
Tableau 10.	Efficacité comparée de l'HE extraite de <i>C. limonum</i> , de l'azadirachtine et de la combinaison appliquées par fumigation sur les adultes de <i>S. granarius</i> .	28
Tableau 11.	Efficacité comparée de l'HE extraite de <i>C. limonum</i> , de l'azadirachtine et de la combinaison, appliquées par ingestion sur les adultes de <i>S. granarius</i> .	28
Tableau 12.	Pourcentages (PR), indices (IR) et classes (CR) de répulsion des traitements testés sur les adultes de <i>S. granarius</i> .	29
Tableau 13.	Effet de l'azadirachtine (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	30
Tableau 14.	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	30
Tableau 15.	Effet de la combinaison (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	31
Tableau 16.	Effet de l'azadirachtine (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux de la GSH (µM/mg de protéines) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	34
Tableau 17.	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux de la GSH (µM/mg de protéines) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	35
Tableau 18.	Effet de la combinaison (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux de la GSH (µM/mg de protéines) chez les adultes de <i>S.</i>	36

	<i>granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	
Tableau 19.	Effet de l'azadirachtine (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique de la catalase (µM/min/mg de protéines) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	39
Tableau 20.	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique de la catalase (µM/min/mg de protéines) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	40
Tableau 21.	Effet de la combinaison (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique de la catalase (µM/min/mg de protéines) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	41
Tableau 22.	Effet de l'azadirachtine (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les protéines totales (joules/individu) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	44
Tableau 23.	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les protéines totales (joules/individu) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	45
Tableau 24.	Effet de la combinaison (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les protéines totales (joules/individu) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	45
Tableau 25.	Effet de l'azadirachtine (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les réserves énergétiques (joules/individu) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	48
Tableau 26.	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les réserves énergétiques (joules/individu) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	49
Tableau 27.	Effet de la combinaison (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les réserves énergétiques (joules/individu) chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	50
Tableau 28.	Effet de l'azadirachtine (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	53
Tableau 29.	Effet de l'HE de <i>C. limonum</i> (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	54
Tableau 30.	Effet de la combinaison (CL ₂₅ et CL ₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques chez les adultes de <i>S. granarius</i> (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	54
Tableau 31.	Estimation du rapport synergique (RS) entre <i>C. limonum</i> et azadirachtine chez les adultes de <i>S. granarius</i> .	58

Tableau 32.	Les différents facteurs influençant le rendement de l'HE de <i>Citrus</i> .	61
Tableau 33.	Constituants majoritaires de l'HE de <i>C. limonum</i> collecté dans différents pays.	63
Tableau 34.	Effet insecticide de certaines HEs à l'égard de différentes espèces de Coléoptères, ravageurs des denrées stockées.	68
Tableau 35.	Activités répulsives de certaines plantes à l'égard de quelques espèces de ravageurs des denrées stockées.	72

LISTE DES FIGURES

LISTE DES FIGURES

Figures	Titres	Pages
Figure 1.	<i>Sitophilus granarius</i> (L, 1758) (Photo personnelle).	6
Figure 2.	Tri des insectes (Photos personnelles).	7
Figure 3.	Présentation de <i>Citrus limonum</i> (Photos personnelles).	7
Figure 4.	Structure chimique de l'azadirachtine (Mordue <i>et al.</i> , 2015).	8
Figure 5.	Extraction de l'HE de <i>Citrus limonum</i> (Photos personnelles).	9
Figure 6.	Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG/SM) (Photo personnelle).	10
Figure 7.	Test de toxicité par fumigation (Photos personnelles).	11
Figure 8.	Test de Toxicité par ingestion (Photo personnelle).	11
Figure 9.	Test de répulsion (Photos personnelles).	13
Figure 10.	Chromatogramme CPG-SM de l'HE de <i>C. limonum</i> (Abondance en fonction du temps en min).	20
Figure 11.	Structure chimique des composés majoritaires de l'HE de <i>C. limonum</i>	21
Figure 12.	Toxicité de l'HE de <i>C. limonum</i> appliquée par fumigation ($\mu\text{l/l}$ d'air) (A) et par ingestion ($\mu\text{l/ml}$) (B) sur les adultes de <i>S. granarius</i> à différentes périodes : Mortalité corrigée (%) ($m \pm \text{SEM}$, $n=5$ répétitions de 10 individus chacune) : test HSD de Tukey.	22
Figure 13.	Effets de l'HE de <i>C. limonum</i> appliquée par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les adultes de <i>S. granarius</i> à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.	22
Figure 14.	Toxicité de l'azadirachtine appliquée par fumigation ($\mu\text{l/l}$ d'air) (A) et par ingestion ($\mu\text{l/ml}$) (B) sur les adultes de <i>S. granarius</i> à différentes périodes : Mortalité corrigée (%) ($m \pm \text{SEM}$, $n=5$ répétitions de 10 individus chacune) : test HSD de Tukey.	24
Figure 15.	Effets de l'azadirachtine appliquée par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les adultes de <i>S. granarius</i> à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.	24
Figure 16.	Toxicité de la combinaison appliquée par fumigation ($\mu\text{l/l}$ d'air) (A) et par ingestion ($\mu\text{l/ml}$) (B) sur les adultes de <i>S. granarius</i> à différentes périodes : Mortalité corrigée (%) ($m \pm \text{SEM}$, $n=5$ répétitions de 10 individus chacune) : test HSD de Tukey.	26
Figure 17.	Effets de la combinaison appliquée par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les adultes de <i>S. granarius</i> à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.	26
Figure 18.	Effets des traitements appliqués à la CL_{25} (A) et la CL_{50} (B) par fumigation sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) ($m \pm \text{SEM}$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	32

Figure 19.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par ingestion sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	33
Figure 20.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par fumigation sur le taux de la GSH (µM/mg de protéines) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	37
Figure 21.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par ingestion sur le taux de la GSH (µM/mg de protéines) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	38
Figure 22.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par fumigation sur l'activité spécifique de la catalase (µM/min/mg de protéines) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	42
Figure 23.	Effet des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par ingestion sur l'activité spécifique de la catalase (µM/min/mg de protéines) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	43
Figure 24.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par fumigation sur le contenu en protéines totales (joules/individu) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	46
Figure 25.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par ingestion sur le contenu en protéines totales (joules/individu) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	47
Figure 26.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par fumigation sur les réserves énergétiques (joules/individu) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	51
Figure 27.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par ingestion sur les réserves énergétiques (joules/individu) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	52
Figure 28.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par fumigation sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques (%) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	55
Figure 29.	Effets des traitements appliqués à la CL ₂₅ (A) et la CL ₅₀ (B) par ingestion sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques (%) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.	56
Figure 30.	Efficacité résiduelle de <i>C. limonum</i> (A), de l'azadirachtine (B) et de la combinaison (C) à différentes périodes après traitement.	57

INTRODUCTION

I. INTRODUCTION

Les grains de céréales constituent depuis toujours la principale ressource alimentaire de l'homme et des animaux domestiques (Aoues *et al.*, 2017). C'est pourquoi la connaissance des phénomènes régissant leur conservation et la maîtrise des techniques de leur stockage sont déterminantes pour la survie de millions de personnes (Mason *et al.*, 2017). En Algérie, les produits céréaliers, dont le blé, occupent une place stratégique dans le système alimentaire et dans l'économie nationale (Djermoun, 2009). Cependant, la conservation post-récolte est le seul moyen d'assurer le lien entre la récolte une fois dans l'année et la consommation permanente (Waongo *et al.*, 2013).

Les denrées stockées en général dans des conditions inadéquates, sont attaquées principalement par les insectes, les rongeurs et les champignons (Foua-Bi, 1989). Des pertes pouvant dépasser 35%, sont enregistrées ces dernières années selon les déclarations de l'Office Algérien Interprofessionnel des Céréales (O.A.I.C.) (Ahmad, 2016). Les insectes sont les plus nuisibles et les plus redoutables car ils déprécient le stock tout entier, quel que soit leur nombre (Fleurat-Lessard, 1982) et peuvent causer des pertes importantes en réduisant la qualité et la quantité des produits stockés (Gallo, 2002 ; Lorini, 2008 ; Scheepens, 2011), particulièrement dans les pays en voie de développement et dans ceux de l'Afrique à cause des conditions climatiques favorables à leur développement (Alzouma, 1990). Ils peuvent détruire de 30 à 50% des récoltes après quelques mois d'entreposage (Hall, 1970 ; Alzouma, 1990; Foua-Bi, 1992).

Plusieurs types de déprédateurs sont à l'origine de ces pertes et les principaux sont des coléoptères tels que *Sitophilus granarius*, *Rhyzoperta dominica* et *Tribolium castaneum* (Kučerová *et al.*, 2003; Rahman *et al.*, 2007; Lorini, 2008). *Sitophilus granarius* (Linné, 1758) ou charançon du grain, est un ravageur primaire des grains entreposés (Kučerová *et al.*, 2003). Ces ravageurs pourraient modifier le microenvironnement de stockage, ce qui le rend plus susceptible au développement rapide des champignons et d'autres micro-organismes (Hubert *et al.*, 2018). L'augmentation croissante des quantités de blé stocké, couplée à la sévérité des pertes post-récolte, impose la lutte contre ces ravageurs qui demeure l'une des préoccupations majeures dans les stratégies de protection des cultures des régions arides et semi-arides déjà soumises aux aléas du climat (Abdullah *et al.*, 2018). Pour minimiser les dégâts causés par les coléoptères, plusieurs méthodes de lutte ont été utilisées.

Habituellement, les producteurs utilisent des insecticides chimiques tels que le bromure de méthyle ou la phosphine pour éviter ces pertes lors du stockage. Mais leur utilisation abusive a conduit à de graves problèmes comme la résistance aux insecticides (Pavliidi *et al.*, 2018), la pollution de l'environnement et la toxicité pour l'être humain et les organismes non ciblés (Sarwar *et al.*, 2009). *Rhyzopertha dominica* (Afful *et al.*, 2018), *Tribolium castaneum* (Cato *et al.*, 2019), *Sitophilus zeamais* et *Sitophilus oryzae* ont montré une résistance aux insecticides chimiques (Haddi *et al.*, 2018).

Par conséquent, l'attention est portée de plus en plus sur l'utilisation de composés naturels (biopesticides) comme une option prometteuse et une meilleure alternative aux pesticides synthétiques permettant un contrôle plus sûr des populations de ravageurs (Campos *et al.*, 2016). Leurs mécanismes d'action peuvent varier, en particulier lorsque l'effet est dû à une combinaison de composés (de Oliveira, 2011; Esmaeili & Asgari, 2015). Dans ce contexte, l'utilisation des huiles essentielles (HEs) des plantes aromatiques dans la protection des cultures devient importante en raison de leur sécurité, de leur efficacité et de leurs propriétés écologiques (Polatoğlu *et al.*, 2015; Priya *et al.*, 2016; Jayakumar *et al.*, 2017a,b; Ebrahimifar *et al.*, 2020).

De nombreuses familles de plantes (Rutacées, Méliacées, Astéracées, Labiées, Pipéracées, Verbénacées et Annonacées) sont utilisées comme pesticides botaniques (Isman, 1995). Les huiles essentielles ont fait l'objet de nombreuses recherches en vue de réduire les pertes occasionnées par les insectes ravageurs des graines stockées par leurs effets insecticides (Tanzubil, 1991; Pemonge *et al.*, 1997 ; Batish *et al.*, 2008; Abdellah *et al.*, 2010; Abou-Taleb *et al.*, 2016; Jayakumar *et al.*, 2017a, b ; Kheloul *et al.*, 2020). Elles peuvent agir comme des fumigants (Lima *et al.*, 2011; Pinho *et al.*, 2014; Saeidi *et al.*, 2014; Jayakumar *et al.*, 2017a ; Kheloul *et al.*, 2020), des insecticides de contact (Heydarzade & Moravvej, 2012; Abdelgaleil *et al.*, 2015; Aryani & Auamcharoen, 2016), des répulsifs (Mc Donald *et al.*, 1970; Caballero-Gallardo *et al.*, 2011; Carroll *et al.*, 2011; Akhtar *et al.*, 2013; Aryani & Auamcharoen, 2016; Hossain & Khalequzzaman, 2018; Ebrahimifar *et al.*, 2020) et des antiappétants (González-Coloma *et al.*, 2006; Ebadollahi, 2011; Ali *et al.*, 2017) et peuvent affecter certains paramètres biologiques tels que le taux de croissance (Senthil-Nathan *et al.*, 2008), la durée de vie et la reproduction (Isikber *et al.*, 2006 ; Boughdad *et al.*, 2011).

Les propriétés insecticides de ces huiles citées par Regnault-Roger *et al.* (2004) et Mossa (2016) sur les ravageurs peuvent être ainsi résumées en :

- Une toxicité par inhalation provoquée par leur richesse en composés volatiles ;
- Une toxicité par contact qui provient de la formation d'un film imperméable isolant l'insecte de l'air provoquant son asphyxie ;
- Mais aussi d'une pénétration en profondeur grâce au caractère amphibolique de certains de leurs composés.

Le genre *Citrus* (Rutaceae) est représenté en Algérie par plusieurs espèces telles que *C. limonum* (L.) (Burm. F., 1768), *C. sinensis* (Osbeck, 1765), *C. medica* (L., 1753), *C. reticulata* (Blanco, 1837), *C. aurantifolia* (Swingle, 1913) et *C. aurantium* (L., 1753). La composition chimique et l'activité insecticide de différentes espèces d'agrumes telles que *C. sinensis*, *C. aurantium*, *C. grandis*, *C. medica* *C. sinensis* ont fait l'objet de plusieurs études (Lota *et al.*, 2000 ; 2001 ; Sawamura *et al.*, 2004 ; Droby *et al.*, 2008 ; Chutia *et al.*, 2009 ; Espina *et al.*, 2011). Le *Citrus limonum* est reconnu pour ses activités antioxydantes, antifongiques, antimicrobiennes et anti appétantes (Bertuzzi *et al.*, 2013; Rauf *et al.*, 2014; Djenane, 2015; Ali *et al.*, 2017; Ben Hsouna *et al.*, 2017; Ghoorchibeigi *et al.*, 2017) et ses effets insecticides ont été signalés sur différentes espèces de coléoptères (Akhtar *et al.*, 2013; Adusei-Mensah *et al.*, 2014 ; Abdelgaleil *et al.*, 2015 ; Mossa, 2016 ; Ainan *et al.*, 2019).

L'azadirachtine est un triterpénoïde (limonoïde), obtenu à partir des graines du neem (*Azadirachta indica* A. Juss.), arbre de la famille des Meliaceae originaire d'Asie du Sud-Est aux multiples modes d'action, comme la répulsion et l'inhibition de l'oviposition (Isman *et al.*, 1990 ; Schmutterer, 1990 ; Stenersen, 2004). Ce pesticide est utilisé comme insecticide (Mordue *et al.*, 2005 ; 2010) ou acaricide (Denardi *et al.*, 2010). L'azadirachtine, structurellement semblable aux ecdysones d'insectes, inhibe l'hormone prothoracicotropique (Schmutterer, 1990 ; Mordue & Blackwell, 1993) et l'hormone allatotropique (Banken & Stark, 1997), stimulant respectivement, les ecdystéroïdes et l'hormone juvénile (HJ); l'azadirachtine, agit donc comme un régulateur de croissance en perturbant par ses effets antagonistes sur les hormones précitées, les processus physiologiques comme le développement et la reproduction (Mordue *et al.*, 2005; Morgan, 2009). Ce biopesticide peut également agir par des effets antiappétants sur le mouvement naturel de l'intestin, provoquant une paralysie et le dépérissement des organismes cibles (Stark *et al.*, 1990 ; Schmutterer &

Singh, 1995 ; Andreu *et al.*, 2000). A l'heure actuelle, aucune résistance n'est notée envers l'azadirachtine (Mordue *et al.*, 2005 ; Wang *et al.*, 2014). L'efficacité et la toxicité de l'azadirachtine contre les insectes a été citée par divers travaux (Mordue *et al.*, 2005). Ce pesticide interfère avec la chemoréception et cause des dommages aux tissus des insectes tels que les muscles, le corps gras et le tube digestif (Capinera & Froeba, 2007). Elle est particulièrement active sur les cellules en division par blocage de la polymérisation des microtubules (Mordue *et al.*, 2010). Ce pesticide naturel induit l'apoptose et a une action antiproliférative en arrêtant le cycle cellulaire chez *Spodoptera litura* et *Spodoptera frugiperda* (Huang *et al.*, 2011 ; Shu *et al.*, 2015 ; Wang *et al.*, 2015).

Le charançon du blé, *Sitophilus granarius* (L.) (Coléoptère : Curculionidae), est l'un des principaux insectes ravageurs des produits céréaliers stockés (Kučerová *et al.*, 2003). La propagation de cette espèce dépend principalement du transport des céréales infestées (Plarre, 2010). *S. granarius* provoque des changements des propriétés du blé, en raison de ses sécrétions affectant ainsi la qualité du pain (Keskin & Ozkaya 2015).

Dans ce contexte, notre étude a été consacrée dans **une première partie** à l'extraction de l'huile essentielle de *Citrus limonum* ainsi qu'à la détermination de sa composition chimique par la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-SM).

La deuxième partie est consacrée à l'évaluation de la toxicité de l'huile de *C. limonum* et de l'azadirachtine (seule et combinée) par fumigation et par ingestion sur les adultes de *Sitophilus granarius* 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 seuls et combinés par fumigation et par ingestion sur les biomarqueurs enzymatiques : les glutathion S-transférases (GSTs) et la catalase et non enzymatique : le glutathion (GSH), durant différentes périodes (24, 48 et 72 heures) après traitement, qui permettront de mettre en évidence l'intensité du mécanisme de détoxification ainsi que le stress oxydatif.

La quatrième partie vise à évaluer les effets létaux (CL₂₅ et CL₅₀) de ces biopesticides par fumigation et par ingestion, sur les protéines et les réserves énergétiques chez les adultes à différentes périodes (24, 48 et 72 h) après traitement. L'indice d'épuisement (NDI) de ces réserves a été également déterminé.

Dans *la cinquième partie*, nous avons testé la persistance de l'activité biologique de ces biopesticides et évalué le type d'interaction entre l'azadirachtine et le *Citrus limonum* (antagonisme, synergisme ou additive).

MATERIEL ET METHODES

II. MATERIEL ET METHODES

2.1. Présentation de *Sitophilus granarius* (Linné, 1758)

Sitophilus granarius ou « charançon du grain », est un membre typique de la famille des Curculionidae. L'adulte de cette espèce est de 4 mm de long, brun foncé, ovale, avec de longues pattes et une tête prolongée par un long rostre, les élytres sont striés et ponctués de gros points, la deuxième paire des ailes est absente et le thorax avec des perforations ovales (Rees, 2007) (Fig. 1). *S. granarius*, un ravageur primaire se nourrit et se multiplie dans les grains de blé, d'orge, d'avoine, de seigle, de maïs, de riz décortiqués etc. Les adultes vivent sept à huit mois dans les silos de stockage, se déplaçant autour de la masse de grains tout au long de la journée (Hagstrum *et al.*, 2012).



Figure 1. *Sitophilus granarius* (L, 1758) (GX45) (Photo personnelle).

2.2. Collecte et élevage

Les individus de *S. granarius* ont été collectés à partir de CCLS (Coopératives des céréales et des légumes secs) dans la région d'El Aouinet (Nord de la wilaya de Tébessa), on les a criblés dans un tamis de 2 mm, avec un papier filtre blanc pour qu'on puisse les repérer à l'œil nu (Fig. 2). Les insectes identifiés sont mis dans des bocaux contenant 1 kg de blé. 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, des insectes adultes âgés de 1 à 7 jours ont été utilisés.



Figure 2. Tri des insectes (Photos personnelles).

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

Citrus limonum (Citron) d'abord appelé « limon » de la famille des Rutaceae, est parmi les plus importantes espèces d'agrumes après le *Citrus sinensis* et *Citrus reticulata*. Sa culture s'étend aujourd'hui sur le littoral de la Méditerranée et aux régions du globe à climat semi-tropical du monde entier (Debuigne & Couplan, 2006). Le citronnier désigné sous le nom de *Citrus limon* (L.) Burm, peut être cité sous le synonyme de *Citrus limonum* Risso (Kasraoui, 2006 ; Faucon, 2017). C'est un arbrisseau épineux à feuilles persistantes, atteignant 3 à 6 m de hauteur (Bousbia, 2011 ; Faucon, 2017), à cime étalée et peu dense, au feuillage vert clair. Les feuilles composées, unifoliées, alternées, de forme variables, lancéolées et elliptiques, à bord denticulé, de taille très variable de 5 à 10cm. Les fleurs sont blanches et odorantes. Fruit ovoïde, de 5 à 10cm de diamètre, à peau épaisse, jaune clair à maturité odorante (Fig. 3).



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

2.4. Présentation de l'azadirachtine

L'azadirachtine commercialisée sous le nom de Neem Azal-T/S est composée d'azadirachtine A (1% d'azadirachtine ; Emulsion Concentrée (EC) ; firme : Trifolio-M GmbH, Lahnau, Germany). La masse molaire de l'azadirachtine A est de 720,7g/mol, et sa

formule chimique : $C_{35}H_{44}O_{16}$ (Fig. 4). Cette formulation émulsifiable dans l'eau, correspond à un liquide brun avec une odeur caractéristique du Neem.

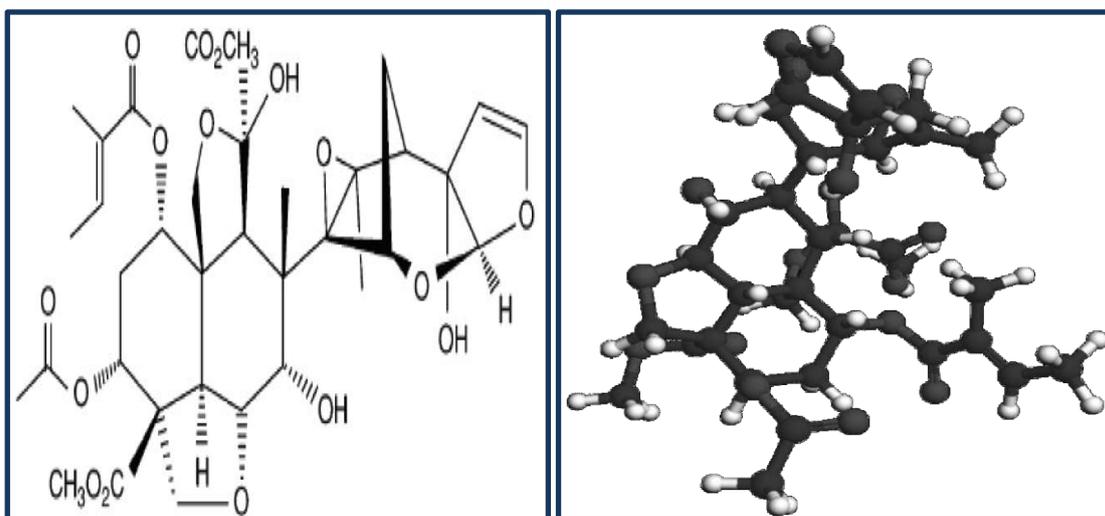


Figure 4. Structure chimique de l'azadirachtine (Mordue *et al.*, 2005).

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

La collecte des feuilles de *C. limonum* a été faite durant la période janvier-mars 2017 dans la région de Tébéssa. Elles ont été rincées à l'eau du robinet pour éliminer le sol et les autres contaminants de surface. Après séchage du matériel végétal à l'air libre et à l'ombre, 50g de la matière sèche des feuilles avec 500 ml d'eau distillée sont introduit dans un ballon d'une capacité d'un litre, à fond rond et à 3 cols ou fioles, surmonté d'une colonne de 60 cm de longueur. Le tout sera mis sur une chauffe ballon à une température voisine de 100°C et raccordé avec le reste de l'appareil d'extraction (Fig. 5). Le mélange est porté à ébullition pendant 3 heures, pendant ce temps, la vapeur se dirige vers le col du cygne puis dans le réfrigérant où elle se condense rapidement et tombe, dans l'ampoule de décantation.

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 en HE est le rapport entre de 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 :

$$R = [\Sigma P_B / \Sigma P_A] \times 100$$

R : Rendement en huile (%).

P_A : Poids de la matière sèche de la plante en g.

P_B : Poids de l'huile en g.

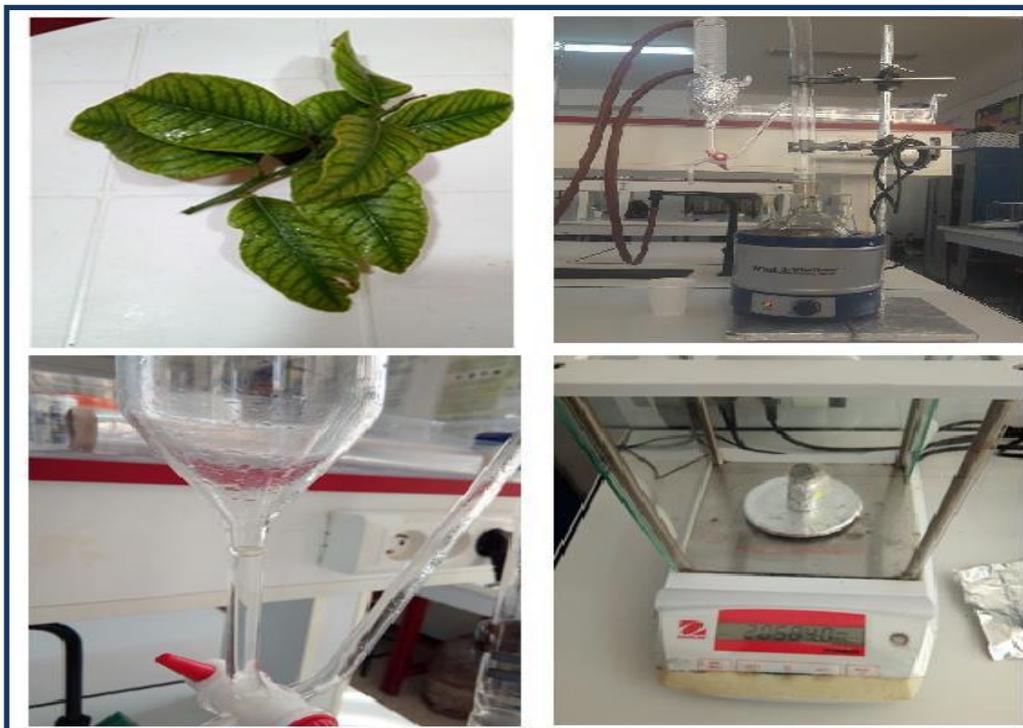


Figure 5. Extraction de l'HE de *Citrus limonum* (Photos personnelles).

2.6. Analyse de l'HE par CPG-SM

L'analyse chimique de l'HE a été réalisée par la chromatographie en phase gazeuse (CPG) et la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-SM). Cette technique a été faite au Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-Chimique (CRAPC) à Bou Smail (Tipaza, Algérie).

L'analyse chromatographique en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG/SM) est faite sur un chromatographe de type Hewlett Packard 6800 plus, couplé à un spectromètre de masse de type Hewlett Packard 5973 à impact d'électrons opérant en mode EI 70 eV. La colonne capillaire utilisée est de type VB-5 (30 m x 0,25 mm ; épaisseur du film 0,25 μ m). Le gaz vecteur qui constitue la phase mobile est l'Hélium, réglé à un débit de 1 ml/min. La température de l'injecteur est de 250°C, et l'injection se fait en mode Split. Initialement, la température du four est maintenue à 60°C en isotherme pendant 8 min, puis son augmentation se fait graduellement à raison de 2°C par min jusqu'à 250°C. Pour le spectromètre de masse, la température de détection est de 250°C. La fragmentation est effectuée par impact électronique sous un champ de 70eV, et une pression de 6,75 Psi. Le volume injecté est de 0,2 μ l. L'appareil est relié à un système informatique gérant une

bibliothèque de spectres de masse (Fig. 6). Les constituants de l'huile essentielle sont identifiés par comparaison de leurs spectres de masses avec ceux des produits de référence de bases de données Willey (McLafferty *et al.*, 1998), NIST (NIST, 1999) et par leurs indices de rétention calculés à l'aide d'alcane C7-C24 comparés aux indices des produits de référence et des données de la littérature (Kondjayan & Berdagué, 1996 ; Adams, 2001).

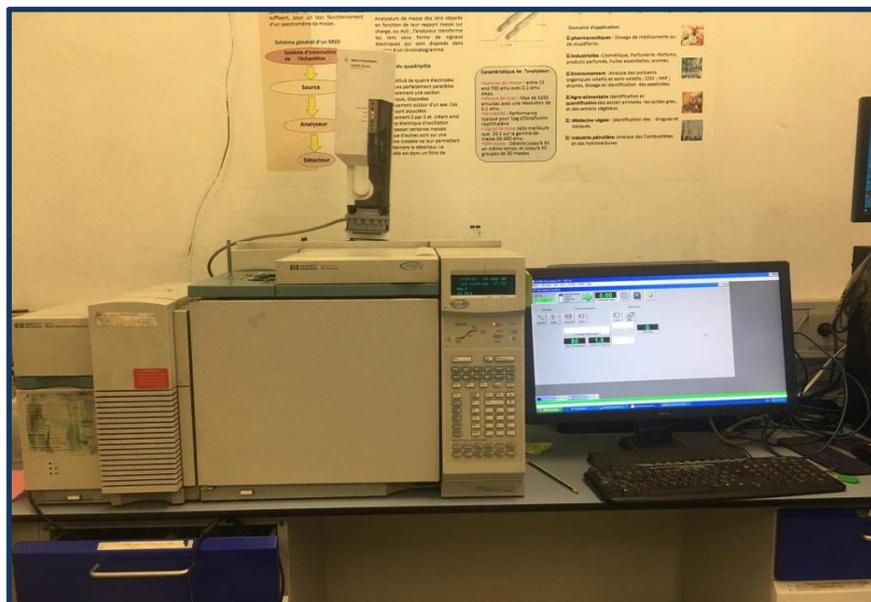


Figure 6. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG/SM)

(Photo personnelle).

2.7. Traitement et bioessais

2.7.1. Toxicité par fumigation

Après un screening préalable, les insecticides (HE de *C. limonum*, azadirachtine et combinaison) ont été appliqués à différentes concentrations : 20, 40, 80, 100, 200 et 400 μL /L d'air sur un disque de papier filtre de 2,5 cm de diamètre, suspendu à l'aide d'un fil à la face interne du couvercle (Fig. 7). Le traitement a été réalisé dans des boîtes en plastiques d'une capacité de 60 ml contenant 10g de blé sain. Cinq répétitions de 10 individus ont été réalisées pour chaque concentration. Une série témoin est conduite en parallèle et les individus reçoivent de l'eau distillée. Les mortalités enregistrées à 24, 48 et 72 h après traitement sont corrigées 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 GRAPH PAD PRISM7.



Figure 7. Test de toxicité par fumigation (Photos personnelles).

2.7.2. Toxicité par ingestion

Après un screening préalable, les insecticides dissous dans l'éthanol ont été appliqués à différentes doses (4, 8, 16, 20, 30 et 60 $\mu\text{l/ml}$) sur 10g de blé sain dans des flacons en plastique (Fig. 8). Après une évaporation totale du solvant pendant 15min, 10 adultes mâles et femelles (sexes confondus) de *S. granarius* sont introduits dans les flacons. Le bioessai a été réalisé en cinq répétitions pour chaque dose. Une série témoin est conduite en parallèle et les grains de blé reçoivent uniquement du solvant (éthanol).

Les mortalités enregistrées à 1, 3, 6, 12 et 24 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 est utilisé pour calculer le pourcentage de répulsion des insecticides à l'égard des adultes de *S. granarius* 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 20, 40, 80, 100, 200 et 400 µl/ml sont diluées dans de l'acétone. On applique 500µl du traitement sur une moitié du papier et 500µl du solvant 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. Dix individus sont déposés sur le papier filtre au milieu des boîtes de pétri (Fig. 9) et quatre répétitions sont réalisées pour chaque dose. Après 15 min, 30 min, 1 h, 2 h et 24 h de traitement de *S. granarius*, le dénombrement de ce dernier 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 :

$$\text{PR (\%)} = [(N_C - N_T) / (N_C + N_T)] \times 100$$

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

N_T : 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	$PR \leq 0,1 \%$	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

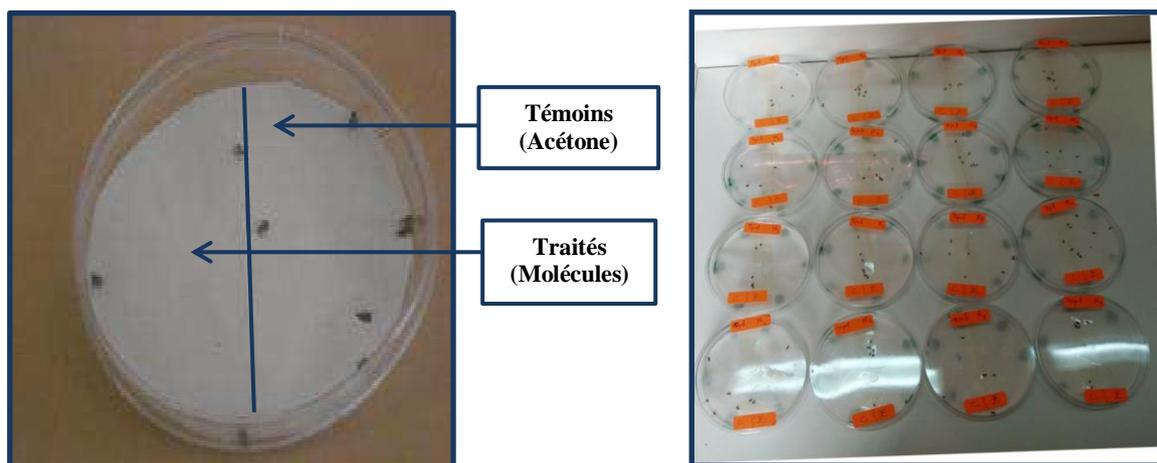


Figure 9. Test de répulsion (Photos personnelles).

2.9. Dosage des biomarqueurs

Les adultes des séries témoins et traitées à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison (CL₂₅, CL₅₀) ont fait l'objet d'un dosage d'un biomarqueur du stress oxydatif la catalase (CAT) et des biomarqueurs de détoxication, les glutathion S-transférases (GSTs) et le glutathion (GSH) à différentes périodes après traitement : 24, 48 et 72 h.

2.9.1. Dosage des glutathion S-transférases

L'activité des glutathion S-transférases (GSTs) est déterminée selon la méthode de [Habig et al. \(1974\)](#). Elle est basée sur la réaction de conjugaison entre la GST et un substrat, le CDNB (1-chloro 2, 4 dinitrobenzène) en présence d'un cofacteur, le glutathion (GSH) et mesurée à une longueur d'onde de 340 nm dans un spectrophotomètre.

Les adultes témoins et traités de *S. granarius*, sont prélevés à différentes périodes (24, 48 et 72 h), pesés puis broyés dans 1ml de tampon phosphate de sodium (0,1 M, pH 6). L'homogénat ainsi obtenu est centrifugé (13000 trs/min à 2°C pendant 30 min), le surnageant récupéré servira comme source d'enzyme.

Le dosage consiste à faire réagir 200 µl de surnageant avec 1,2 ml du mélange CDNB (1mM) /GSH (5 mM) [20,26 mg CDNB, 153,65 mg GSH, 1 ml éthanol, 100 ml tampon phosphate (0,1M, pH 6)]. L'essai est conduit avec 3 répétitions comportant chacune 20 individus avec une série témoin. La lecture des absorbances est effectuée toutes les 1 min pendant 5 min à une longueur d'onde de 340 nm contre un blanc contenant 200 µl d'eau distillée remplaçant la quantité de surnageant.

L'activité spécifique est déterminée d'après la formule suivante :

$$X = \frac{\Delta DO / mn}{9,6} \times \frac{Vt}{Vs} / mg \text{ de protéines}$$

X : micromole de substrat hydrolysé par minute et par mg de protéines ($\mu\text{M}/\text{mn}/\text{mg}$ de protéines).

ΔDO : pente de la droite de régression obtenue après hydrolyse du substrat en fonction du temps.

9,6 : coefficient d'extinction molaire du CDNB.

Vt : volume total dans la cuve : 1,4 ml [0,2 ml surnageant + 1,2 ml du mélange CDNB/GSH].

Vs : volume du surnageant dans la cuve : 0,2 ml.

mg de protéines: quantité de protéines exprimée en mg.

2.9.2. Dosage du glutathion

Le taux du glutathion (GSH) est quantifié selon la méthode de [Weckbecker & Cory \(1988\)](#), dont le principe repose sur la mesure colorimétrique de l'acide 2-nitro 5-mercapturique, résultant de la réduction de l'acide 5-5'-dithio-bis-2-nitrobenzoïque (DTNB) par les groupements thiol (-SH) du glutathion mesuré à une longueur d'onde de 412 nm. Le dosage s'effectue après homogénéisation des adultes témoins et traités de *S. granarius* prélevés à différents temps (24, 48 et 72 h) dans 1 ml d'une solution d'éthylène diamine tétra-acétique (EDTA) à 0,02 M [7,448g EDTA, 1000 ml eau distillée]. Afin de protéger les groupements thiols du glutathion, l'homogénat doit subir une déprotéinisation par l'acide sulfosalicylique (ASS) à 0,25 % [0,25g ASS, 100 ml eau distillée] où 0,2 ml du ASS sont additionnés à 0,8 ml d'homogénat. Le mélange après agitation est plongé dans un bain de glace pendant 15 mn, puis centrifugé à 10 000 trs/mn pendant 5 mn. Une fraction aliquote de 500 μl de l'homogénat est ajoutée à 1 ml du tampon tris/ EDTA (0,02 M, pH 9,6) [63,04 g tris, 7,4448 g EDTA, 1000 ml eau distillée] et 0,025 ml de DTNB (0,01 M) [3,96 g DTNB, 1000 ml méthanol absolu]. L'essai est conduit avec 3 répétitions comportant chacune 20 individus avec une série témoin. La lecture des absorbances s'effectue à une longueur d'onde de 412 nm après 5 minutes de repos pour la stabilisation de la couleur contre un blanc où les 500 μl de surnageant sont remplacés par 500 μl d'eau distillée.

Le taux du glutathion est estimé selon la formule suivante :

$$X = \frac{DO}{13,1} \times \frac{Vd}{Vh} \times \frac{Vt}{Vs} / mg \text{ de protéines}$$

X : micromole de substrat hydrolysé par mg de protéines ($\mu\text{M} / \text{mg}$ de protéines).

DO : densité optique obtenue après hydrolyse du substrat.

13,1 : coefficient d'extinction molaire concernant le groupement thiol (-SH).

Vd : volume total des solutions utilisées dans la déprotéinisation : 1 ml [0,2 ml ASS + 0,8 ml homogénat].

Vh : volume de l'homogénat utilisé dans la déprotéinisation : 0,8 ml.

Vt : volume total dans la cuve : 1,525 ml [0,5 ml surnageant + 1 ml tris / EDTA + 0,025 ml DTNB].

Vs : volume du surnageant dans la cuve : 0,5 ml.

mg de protéines: quantité de protéines exprimée en mg.

2.9.3. Dosage de la catalase

Le dosage de la catalase (CAT) est réalisé selon la technique de [Claiborne \(1985\)](#). Cette technique est basée sur la mesure spectrophotométrique de la réduction de l'eau oxygénée (H₂O₂) en une molécule d'oxygène (O₂) et deux molécules d'eau (H₂O) en présence de la catalase à une longueur d'onde UV de 240 nm.

Les adultes témoins et traités de *S. granarius*, sont prélevés à différentes périodes (24, 48 et 72 h), l'essai est conduit avec 3 répétitions comportant chacune 20 individus. Les adultes sont homogénéisés dans 1ml de tampon phosphate (100 mM, pH 7,4), puis centrifugés à 15000 trs/mn, pendant 10 mn. Le surnageant récupéré servira comme source d'enzyme.

Le dosage de l'activité de la catalase s'effectue dans une cuve de spectrophotomètre en quartz à 25°C, sur une fraction aliquote de 50 µl du surnageant dilué de façon à se situer entre 1 et 1,5 mg de protéines/ml, soit 0,05 à 0,75 mg dans la cuve, à laquelle on ajoute 750 µl de tampon phosphate (100 mM, pH 7,4). Après agitation, la lecture est effectuée au spectrophotomètre après chaque 5 secondes pendant 30 secondes à une longueur d'onde de 240nm contre un blanc avec 800 µl de tampon phosphate (100 mM, pH 7,4), et 200 µl de H₂O₂.

L'activité spécifique est calculée selon la formule suivante :

$$X = \frac{DO \text{ max} - DO \text{ min}}{0,04} \text{ mg de protéines}$$

X : micromole de substrat réduit par minute et par mg de protéines (µM /min/ mg de protéines).

DO max : densité optique maximum obtenue.

DO min : densité optique minimum obtenue.

0,04 : coefficient d'extinction molaire du H₂O₂ (cm⁻¹. mM⁻¹).

mg de protéines : quantité de protéines exprimée en mg.

2.10. Extraction et dosage des constituants biochimiques

Les adultes témoins et traités à l'azadirachtine, au citron et à la mixture (CL₂₅, CL₅₀) ont été prélevés à différentes périodes et conservés 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. \(1966\)](#). 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 \(1976\)](#).

2.10.1. 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 adultes de *S. granarius* : 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

2.10.2. Dosage des glucides totaux

Le dosage des glucides totaux a été réalisé selon la méthode de [Duchateau et Florkin \(1959\)](#). Cette méthode consiste à additionner 100 µl de surnageant contenu dans un tube à essai, 4 ml du réactif d'antrone 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 adultes de *S. granarius* : 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

2.10.3. 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 *S. granarius* : 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

2.11. Détermination de l'indice d'épuisement des réserves énergétiques

Les valeurs du contenu en glucides, lipides et protéines (µg/individu) sont converties en joules ([Clements, 1992](#)) et l'indice d'épuisement des réserves énergétiques est calculé selon la formule suivante :

$$\text{IP (\%)} = [(C - T)/(C + T)] \times 100$$

IP : Indice d'épuisement des réserves énergétiques

C : réserves énergétiques totales chez les témoins.

T : réserves énergétiques totales chez les traités.

2.12. Test de persistance

La persistance de l'activité insecticide de l'huile et de l'azadirachtine seule et combinée a été évaluée comme décrit par [Ngamo *et al.* \(2007\)](#). Les concentrations létales 50 des molécules obtenues par fumigation ont été appliquées sur des disques de papier filtre (diamètre 2,5 cm) dans des flacons en plastique. Plusieurs séries de 10 adultes ont été introduits séparément dans ces flacons, à un intervalle de 6 heures : 6, 12, 18, 24 et 30 heures. La mortalité des adultes est enregistrée après 24 h d'exposition.

2.13. Détermination de la synergie

Afin de déterminer la synergie potentielle entre les deux molécules du mélange (azadirachtine et l'huile de citron) préparée en proportion (1:1), le procédé de [Metcalf \(1967\)](#) a été utilisé pour estimer le rapport synergique (RS), comme suit:

$$RS = CL_{50} A / CL_{50} M$$

CL₅₀ A : concentration létale 50 de chaque molécule

CL₅₀ M : concentration létale 50 du mélange

RESULTATS

III. RESULTATS

3.1. Rendement de l'huile essentielle

L'huile essentielle obtenue par hydrodistillation des feuilles de *Citrus limonum* présente un aspect liquide, limpide et jaune pâle et se caractérise par une forte odeur. Le rendement de cette huile marque un taux de $0,94 \pm 0,01\%$ (Tableau 5).

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

Rendement	Couleur	Odeur	Saveur	Solubilité
0,94 ± 0,01%	Liquide limpide, Jaune pâle	Aromatique typique de citral	Aromatique et amère	Liposoluble

3.2. Composition chimique de l'huile essentielle

L'identification des différents constituants de l'huile et la détermination de la concentration de ses composés ainsi qu'à leur temps de rétention a été réalisée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-SM) (Tableau 6 et Fig. 10). Celle-ci a révélé que l'huile de *C. limonum* est constituée de quarante sept (47) composés représentant 99,85% de la totalité des constituants détectés. Trois constituants ont été identifiés comme composés majoritaires : Z-Citral (30,74%), DL-Limonène (19,81%), et Géranyl propionate (16,28%) (Fig. 11).

Tableau 6. Composition chimique de l'HE de *C. limonum* : temps de rétention (TR) et concentrations (%) des différents constituants.

N°	TR (min)	Composés	Concentrations (%)
1	6,706	2-Hexenal	0,05
2	10,648	α- Pinène	0,32
3	13,380	β-Pinène	6,96
4	14,094	Methyl heptenone	0,47
5	14,296	β-Myrcène	0,63
6	15,106	α- phellandrène	0,06
7	15,487	Δ. 3-Carène	0,30
8	17,116	DL-Limonène	19,81
9	17,568	β-Trans-Ocimène	1,53
10	18,923	γ-Terpinène	0,13
11	19,564	Cis-Sabinène Hydrate	0,04
12	21,005	α- Terpinolène	0,10
13	22,090	Linalool	1,43
14	22,321	Pelargonaldehyde	0,23
15	24,292	Cis- Limonène oxide	0,04
16	24,620	Trans-Limonène oxide	0,06

17	25,217	Méthanone	0,09
18	25,936	Citronella	2,27
19	26,673	Cyclohexyl ethylene	0,33
20	27,439	Terpinène-4-ol	0,20
21	27,979	Cyclohexane, vinyl	0,45
22	28,480	α - Terpinéol	0,44
23	29,560	Capraldehyde	0,07
24	31,801	Nérol	6,02
25	32,591	Z-Citral	30,74
26	33,608	Géraniol	1,97
27	36,611	Undécanal	0,07
28	37,734	Methyl géranolate	0,11
29	39,710	Citronellyl propionate	0,53
30	40,818	Géranyl propionate	16,28
31	41,204	Trans-crotonamide	0,05
32	41,396	Camphène	0,04
33	41,893	Géranyl acetate	4,56
34	43,777	Trans-Caryophyllène	1,63
35	44,770	α - Bergamotène	0,22
36	45,806	α -Humulène	0,13
37	46,023	Butanoic acid	0,06
38	46,871	Pyrrolidine	0,04
39	48,447	Bicyclo germacrène	0,20
40	49,252	β -Bisabolène	0,40
41	50,086	Δ .Cadinène	0,03
42	52,539	Farnesol	0,04
43	53,267	Spathulenol	0,20
44	53,570	Caryophyllène oxide	0,34
45	56,713	Isospathulenol	0,02
46	57,648	α -Cadinol	0,09
47	59,368	α -Bisabolol	0,07
Total			99,85%

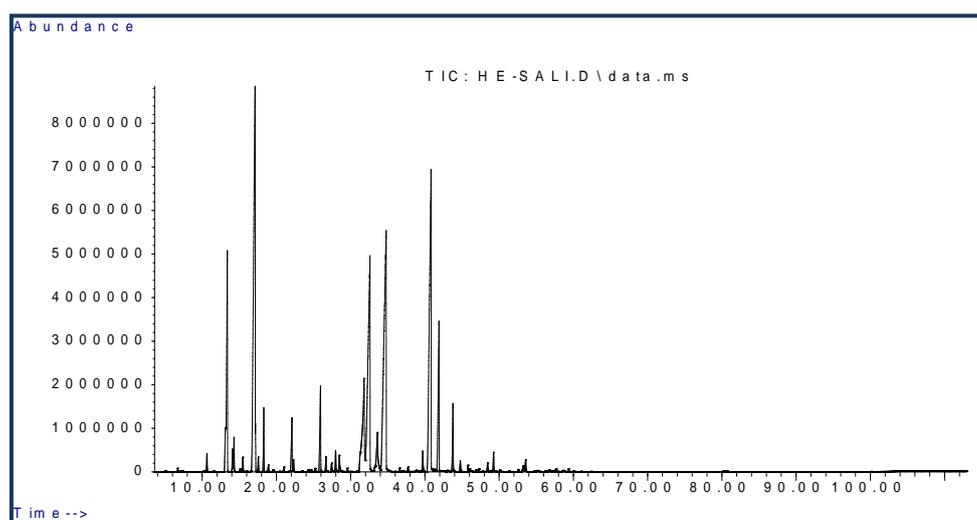


Figure 10. Chromatogramme CPG-SM de l'HE de *C. limonum* (Abondance en fonction du temps en min).

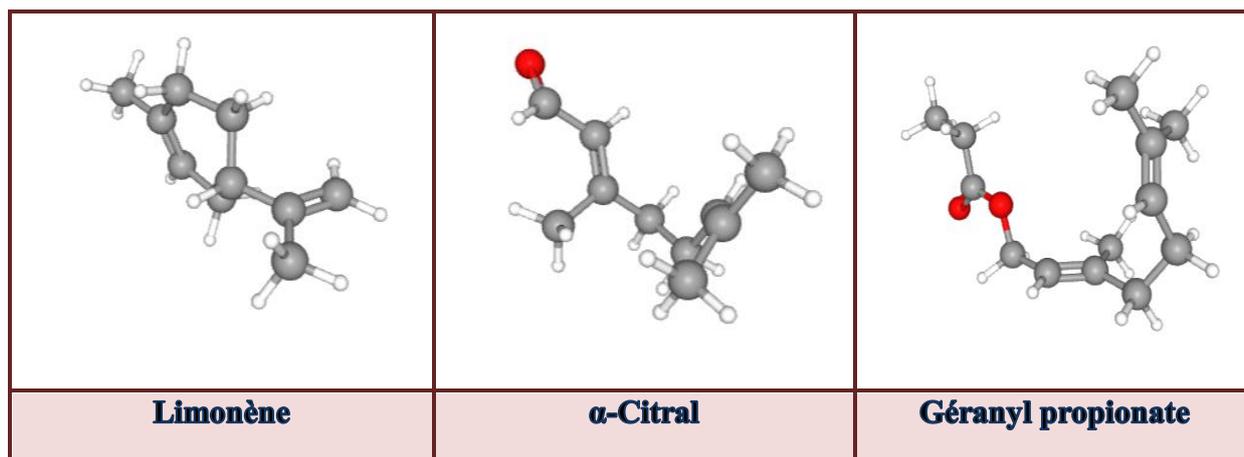


Figure 11. Structure chimique des composés majoritaires de l'HE de *C. limonum*.

3.3. Essais toxicologiques à l'égard des adultes de *S. granarius*

3.3.1. Essai insecticide de l'HE de *C. limonum*

Après un test de screening, différentes concentrations de l'HE de *C. limonum* ont été appliquées sur les adultes de *S. granarius* par fumigation (20, 40, 80, 100, 200 et 400 μ l/l d'air) et par ingestion (2, 4, 8, 10, 15 et 30 μ l/ml). Des séries témoins sont réalisées en parallèles. Des séries témoins négatifs pour la fumigation et témoins positifs (éthanol) pour l'ingestion sont réalisées en parallèles. Aucune mortalité n'a été observée dans les deux séries.

Les mortalités corrigées enregistrées au cours des tests de toxicité par fumigation varient de 5% à 24 h jusqu'à 27,50% à 72 h pour la dose la plus faible (20 μ l/l) et de 27,50% à 24h jusqu'à 92,5% à 72 h pour la plus forte dose (400 μ l/l) (Fig. 12A). Ces mortalités augmentent de façon significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement chez *S. granarius* traité par fumigation à 24 (F=9,6 ; df=5,18 ; p=0,0001), à 48 (F=34,55 ; df=5,18 ; p<0,0001), et à 72 h (F=33,04 ; df=5,18 ; p<0,0001) après traitement.

Les résultats des mortalités corrigées obtenus après application de l'HE de Citrus par ingestion, révèlent des taux variant de 12,50% à 12 h jusqu'à 47% à 24 h pour la dose la plus faible (2 μ l/ml) et de 75% à 12 h jusqu'à 100% à 24 h pour la dose la plus forte (30 μ l/ml) (Fig. 12B). Ces mortalités augmentent de façon significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement chez *S. granarius* traité par ingestion à 12 (F=86,64 ; df=5,18 ; p<0,0001), et à 24 h (F=52,1 ; df=5,18 ; p<0,0001).

Les résultats montrent que le citron appliqué par fumigation et par ingestion exerce une activité insecticide avec une relation dose-réponse à l'égard de *S. granarius*. Le classement des doses par le test HSD de Tukey révèle l'existence de 2 groupes de moyennes à 24 h et 3

groupes à 48 et 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 12h et 24 h.

La courbe dose-réponse exprimant le pourcentage des mortalités en fonction du logarithme des doses appliquées (Fig. 13) a permis l'estimation des concentrations létales (CL) ainsi que leurs intervalles de confiance et le Slope (Tableau 7).

De plus, on note que le *C. limonum* appliqué par ingestion est plus toxique par rapport à l'application par fumigation.

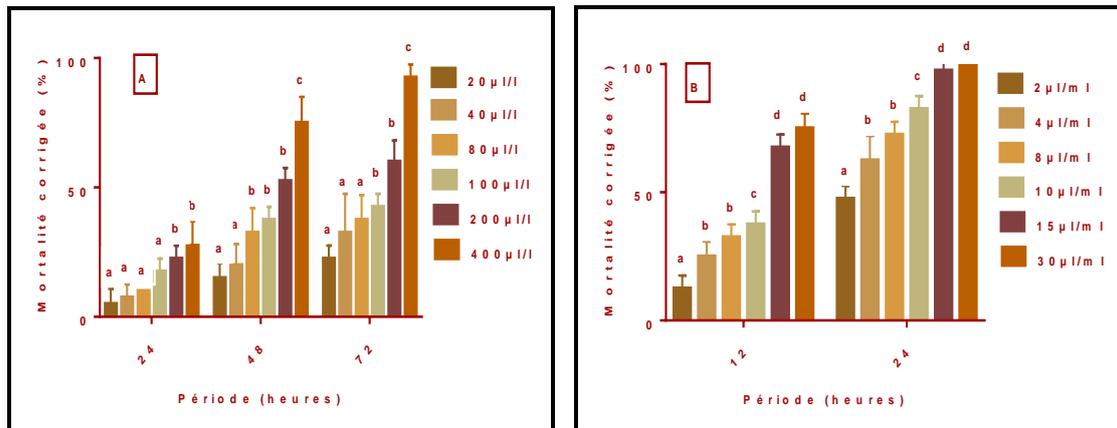


Figure 12. Toxicité de l'HE de *C. limonum* appliquée par fumigation ($\mu\text{l/l}$ d'air) (A) et par ingestion ($\mu\text{l/ml}$) (B) sur les adultes de *S. granarius* à différentes périodes : Mortalité corrigée (%) ($m \pm \text{SEM}$, $n=5$ répétitions de 10 individus chacune) : test HSD de Tukey.

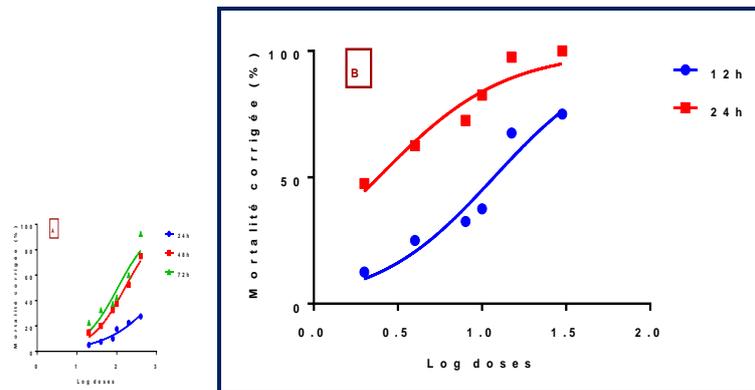


Figure 13. Effets de l'HE de *C. limonum* appliquée par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les adultes de *S. granarius* à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.

Tableau 7. Efficacité de l'HE de *C. limonum* appliquée sur les adultes de *S. granarius* : analyse des probits.

Mode d'application	Temps (heures)	R ²	Hill Slope	CL ₂₅ IC (95%)	CL ₅₀ IC (95%)
Fumigation	24	0,94	0,09	293,70 µl/l (214,10 - 505,20)	1630 µl/l (830,10 - 6866)
	48	0,98	0,08	53,2 µl/l (39,62 - 68,01)	160,6 µl/l (134,60 - 195,50)
	72	0,89	0,23	35,73 µl/l (8,80 - 72,8)	105,80 µl/l (60,70 - 184,50)
Ingestion	12	0,92	0,23	4,88 µl/ml (2,34 - 7,71)	11,78 µl/ml (8,44 - 17,51)
	24	0,92	0,22	0,94 µl/ml (0,22 - 1,76)	2,42 µl/ml (1,15 - 3,58)

3.3.2. Essai insecticide de l'azadirachtine

Après un test de screening, différentes concentrations de l'azadirachtine ont été appliquées sur les adultes de *S. granarius* par fumigation (20, 40, 80, 100, 200 et 400 µl/l d'air) et par ingestion (2, 4, 8, 10, 15 et 30 µl/ml). Des séries témoins sont réalisées en parallèles. Des séries témoins négatifs pour la fumigation et témoins positifs (éthanol) pour l'ingestion sont réalisées en parallèles. Aucune mortalité n'a été observée dans les deux séries.

Les mortalités corrigées enregistrées au cours des tests de toxicité par fumigation varient de 7,5% à 24 h jusqu'à 32,5% à 72 h pour la dose la plus faible (20 µl/l) et de 47,5% à 24 h jusqu'à 90% à 72 h pour la plus forte dose (400 µl/l) (Fig. 14A).

Ces mortalités augmentent de façon significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement chez *S. granarius* traité par fumigation à 24 (F=21,5 ; df=5,18 ; p<0,0001), 48 (F=27,91 ; df=5,18 ; p<0,0001), et 72 h (F=76,71 ; df=5,18 ; p<0,0001).

Les résultats des mortalités corrigées obtenus après application de l'azadirachtine par ingestion, révèlent des taux variant de 15% à 12 h jusqu'à 40% à 24 h pour la dose la plus faible (2 µl/ml) et de 52,5% à 12 h jusqu'à 97,5% à 24 h pour la dose la plus forte (30 µl/ml) (Fig. 14B).

Les mortalités enregistrées par ingestion augmentent de façon significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement chez *S. granarius* à 12 (F=5,62 ; df=5,18 ; p=0,0027), et à 24 h (F=16,63 ; df=5,18 ; p<0,0001).

Les résultats montrent que l'azadirachtine appliquée par fumigation et par ingestion exerce une activité insecticide avec une relation dose-réponse à l'égard de *S. granarius*. Le classement des doses par le test HSD de Tukey révèle l'existence de 2 groupes de moyennes à 24 et 48 h 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 2 groupes de moyennes à 12 h et 24 h.

La courbe dose-réponse exprimant les pourcentages de mortalité en fonction du logarithme des doses appliquées (Fig. 15) a permis l'estimation des concentrations létales (CL) ainsi que leurs intervalles de confiance et le Slope (Tableau 8).

De plus, on note que l'azadirachtine appliquée par ingestion est plus toxique par rapport à la fumigation.

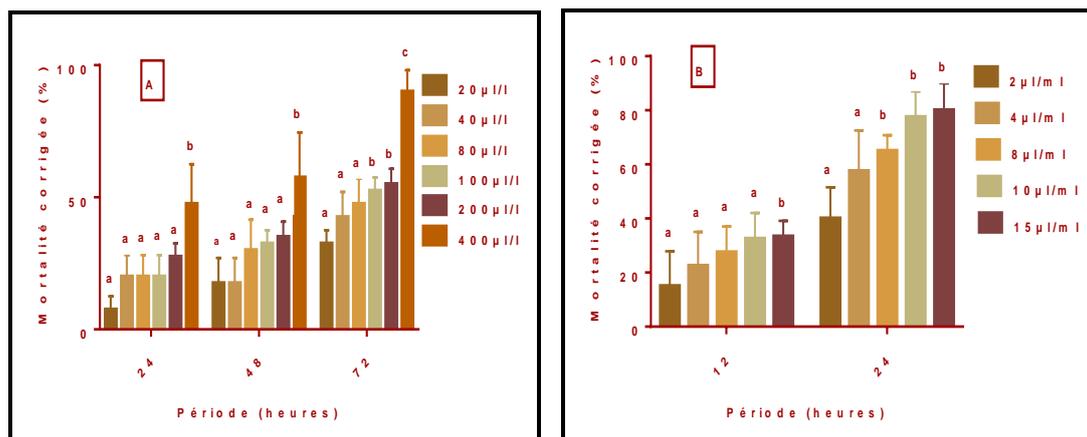


Figure 14. Toxicité de l'azadirachtine appliquée par fumigation ($\mu\text{l/l}$ d'air) (A) et par ingestion ($\mu\text{l/ml}$) (B) sur les adultes de *S. granarius* à différentes périodes : Mortalité corrigée (%) ($m \pm \text{SEM}$, $n=5$ répétitions de 10 individus chacune) : test HSD de Tukey.

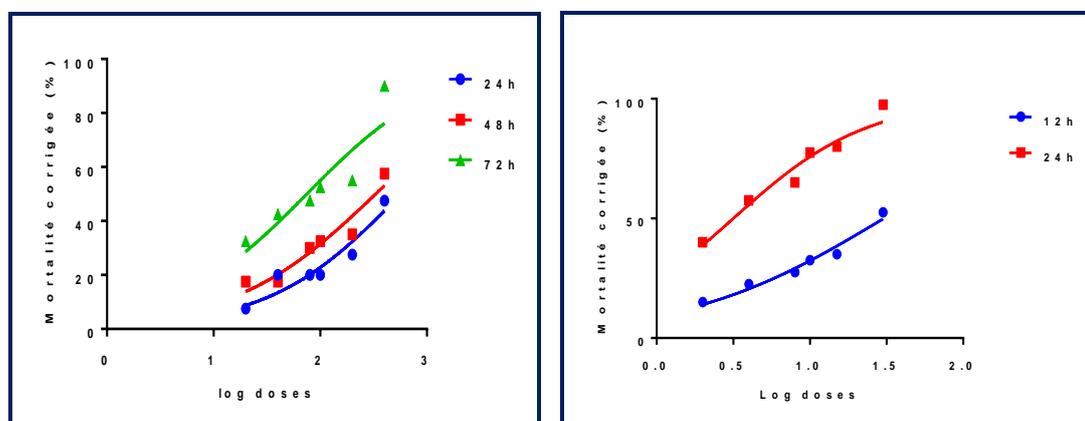


Figure 15. Effets de l'azadirachtine appliquée par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les adultes de *S. granarius* à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.

Tableau 8. Efficacité de l'azadirachtine appliquée sur les adultes de *S. granarius* : analyse des probits.

Mode d'application	Temps (heures)	R ²	Hill Slope	CL ₂₅ IC (95%)	CL ₅₀ IC (95%)
Fumigation	24	0,93	0,13	113,70 µl/l (74,10-164,60)	549,10 µl/l (343,30 - 1480)
	48	0,91	0,10	57,71 µl/l (27,34-92,94)	335,70 µl/l (213,20- 852,90)
	72	0,81	0,19	17,29µl/l (0,02 - 55,15)	72,01µl/l (12,52- 185,90)
Ingestion	12	0,96	0,06	5,84 µl/ml (4,15-7,60)	30,35µl/ml (22,72- 48,07)
	24	0,94	0,14	1,04µl/ml (0,36-1,83)	3,16µl/ml (1,92- 4,38)

3.3.3. Essai insecticide de la combinaison

Après un test de screening, différentes concentrations de l'azadirachtine combinée avec l'HE de *C. limonum* ont été appliquées sur les adultes de *S. granarius* par fumigation (20, 40, 80, 100, 200 et 400 µl/l d'air) et par ingestion (2, 4, 8, 10, 15 et 30 µl/ml). Des séries témoins sont réalisées en parallèles. Des séries témoins négatifs pour la fumigation et témoins positifs (éthanol) pour l'ingestion sont réalisées en parallèles. Aucune mortalité n'a été observée dans les deux séries.

Les mortalités corrigées enregistrées au cours des tests de toxicité par fumigation varient de 5% à 24 h jusqu'à 37,5% à 72 h pour la dose la plus faible (20 µl/l) et de 67,5% à 24 h jusqu'à 90% à 72 h pour la plus forte dose (400 µl/l) (Fig.16).

Ces mortalités augmentent de façon significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement chez *S. granarius* traité par fumigation à 24 (F=53,91 ; df=5,18 ; p<0,0001), à 48 (F=18,79 ; df=5,18 ; p<0,0001), et à 72 h (F=33,93 ; df=5,18 ; p<0,0001) après traitement.

Les résultats des mortalités corrigées obtenus après application de l'azadirachtine combinée avec l'HE de *C. limonum* par ingestion, révèlent des taux variant de 25% à 12 h jusqu'à 52,5% à 24 h pour la dose la plus faible (2 µl/ml) et de 80% à 12 h jusqu'à 95% à 24 h pour la dose la plus forte (30 µl/ml) (Fig. 16).

Les mortalités signalées par ingestion augmentent de façon significative en fonction des doses appliquées et du temps après traitement chez *S. granarius* traité par ingestion à 12 (F=38,12 ; df=4,15 ; p<0,0001), et à 24 h (F=31,38 ; df=4,15 ; p<0,0001).

Les résultats montrent que la mixture appliquée par fumigation et par ingestion exerce une activité insecticide avec une relation dose-réponse à l'égard de *S. granarius*. Le classement

des doses par le test HSD de Tukey révèle l'existence de 3 groupes de moyennes à 24 h, 2 groupes à 48 h et 4 groupes à 72 h pour les mortalités obtenues par fumigation. Par contre, le taux de mortalités enregistré après traitement par ingestion met en évidence 2 groupes de moyennes à 12 h et 24 h.

La courbe dose-réponse exprimant les pourcentages de mortalité en fonction du logarithme des doses appliquées (Fig. 17) a permis l'estimation des valeurs des différentes concentrations létales (CL) ainsi que leurs intervalles de confiance et le Slope (Tableau 9).

De plus, on note que cette combinaison appliquée par ingestion est plus toxique par rapport à la fumigation.

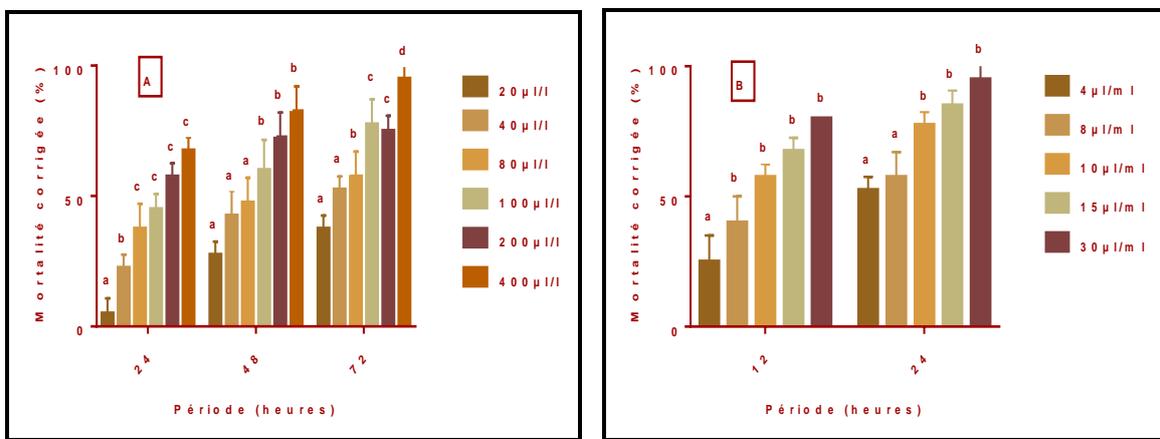


Figure 16. Toxicité de la combinaison appliquée par fumigation ($\mu\text{l/l}$ d'air) (A) et par ingestion ($\mu\text{l/ml}$) (B) sur les adultes de *S. granarius* à différentes périodes : Mortalité corrigée (%) ($m \pm \text{SEM}$, $n=5$ répétitions de 10 individus chacune) : test HSD de Tukey.

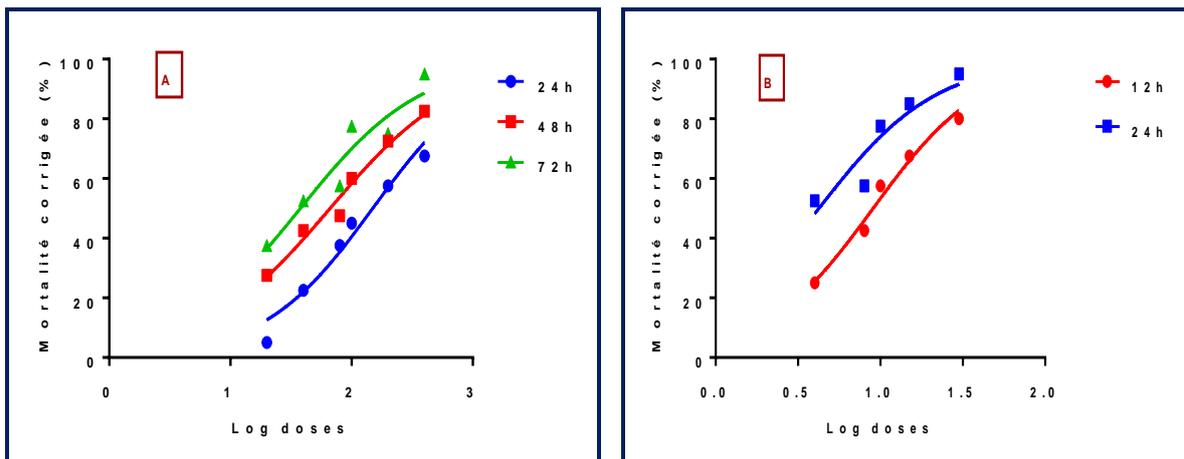


Figure 17. Effets de la combinaison appliquée par fumigation (A) et par ingestion (B) sur les adultes de *S. granarius* à différentes périodes : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.

Tableau 9. Efficacité de la combinaison appliquée sur les adultes de *S. granarius* : analyse des probits.

Mode d'application	Temps (heures)	R ²	Hill Slope	CL ₂₅ IC (95%)	CL ₅₀ IC (95%)
Fumigation	24	0,96	0,96	47,57µl/l (28,61- 69,12)	149,30µl/l (111,20 - 213,90)
	48	0,97	0,82	17,53µl/l (9,74 - 26,31)	66,46µl/l (51,56- 83,72)
	72	0,90	0,82	10,70µl/l (1,63 -23,25)	37,81µl/l (16,84 - 59,78)
Ingestion	12	0,97	1,30	3,90 µl/ml (2,40-5,31)	9,03µl/ml (7,38-10,89)
	24	0,87	1,22	1,72 µl/ml (0,01-3,88)	4,23 µl/ml (0,47-6,82)

3.3.4. Efficacité comparée des traitements

Les Tableaux 10 et 11 résument les concentrations létales déterminées pour les trois traitements et par les deux modes d'application. L'efficacité du traitement diffère selon le mode d'application. Les résultats montrent que la mixture est le traitement le plus efficace suivie de l'azadirachtine et de l'huile essentielle du citron (Mixture > Azadirachtine > *C. limonum*). De plus, on note que la toxicité par ingestion est plus importante que celle par fumigation.

Tableau 10. Efficacité comparée de l'HE extraite de *C. limonum*, de l'azadirachtine et de la combinaison appliquées par fumigation sur les adultes de *S. granarius*.

Période (heures)	Traitements	CL ₂₅ (µl/l d'air)	IC (95%)	CL ₅₀ (µl/l d'air)	IC (95%)
24	<i>C. limonum</i>	293,70	(214,10 - 505,20)	1630	(830,10 - 6866)
	Azadirachtine	113,70	(74,10 - 164,60)	549,10	(343,30 - 1480)
	Mixture	47,57	(28,61 - 69,12)	149,30	(111,20 - 213,90)
48	<i>C. limonum</i>	53,2	(39,62 - 68,01)	160,6	(134,60 - 195,50)
	Azadirachtine	57,71	(27,34 - 92,94)	335,70	(213,20- 852,90)
	Mixture	17,53	(9,74 - 26,31)	66,46	(51,56 - 83,72)
72	<i>C. limonum</i>	35,73	(8,80 - 72,8)	105,80	(60,70 - 184,50)
	Azadirachtine	17,29	(0,02 - 55,15)	72,01	(12,52- 185,90)
	Mixture	10,70	(1,63 - 23,25)	37,81	(16,84 - 59,78)

Tableau 11. Efficacité comparée de l'HE extraite de *C. limonum*, de l'azadirachtine et de la combinaison, appliquées par ingestion sur les adultes de *S. granarius*.

Période (heures)	Traitements	CL ₂₅ (µl/ml)	IC (95%)	CL ₅₀ (µl/ml)	IC (95%)
12	<i>C. limonum</i>	4,88	(2,34 - 7,71)	11,78	(8,44 - 17,51)
	Azadirachtine	5,84	(4,15 - 7,60)	30,35	(22,72- 48,07)
	Mixture	3,90	(2,40 - 5,31)	9,03	(7,38 - 10,89)
24	<i>C. limonum</i>	0,94	(0, 22 - 1,76)	2,42	(1,15 - 3,58)
	Azadirachtine	1,04	(0,36 - 1,83)	3,16	(1,92- 4,38)
	Mixture	1,72	(0,01 - 3,88)	4,23	(0,47 - 6,82)

3.4. Effet répulsif des traitements à l'égard des adultes de *S. granarius*

Les résultats du pouvoir répulsif du *C. limonum*, de l'azadirachtine et de la mixture à l'égard des adultes de *S. granarius* sont présentés dans le Tableau 12. Le pourcentage de répulsion marque une augmentation en fonction des concentrations appliquées. Les forts taux de répulsion sont observés à 15min avec la plus forte concentration (8µl/ml), 95% pour le citron, 65% pour l'azadirachtine et 55% pour la combinaison. Ces pourcentages diminuent avec le temps d'exposition et augmentent avec les concentrations appliquées. Par ailleurs, les indices de répulsion marquent une augmentation en fonction du temps d'exposition et une diminution en fonction des concentrations appliquées.

De plus, on note que cette activité varie selon le traitement appliqué, les fortes valeurs sont constatées avec l'huile de *C. limonum* qui est classée en catégorie 5 de répulsion, suivie par l'azadirachtine en classe 4 puis la combinaison en classe 3.

Tableau 12. Pourcentages (PR), indices (IR) et classes (CR) de répulsion des traitements testés sur les adultes de *S. granarius*.

Concentrations	Temps	Citron			Azadirachtine			Combinaison		
		PR%	IR	CR	PR%	IR	CR	PR%	IR	CR
1µl/ml	15min	65	0,35	IV	30	0,70	II	35	0,65	II
	30min	55	0,45	III	25	0,75	II	30	0,70	II
	1h	50	0,50	III	25	0,75	II	30	0,70	II
	3h	35	0,65	II	25	0,75	II	25	0,75	II
2µl/ml	15min	70	0,30	IV	40	0,60	II	35	0,65	II
	30min	60	0,40	III	35	0,65	II	35	0,65	II
	1h	55	0,45	III	35	0,65	II	30	0,70	II
	3h	50	0,50	III	30	0,70	II	25	0,75	II
4µl/ml	15min	75	0,25	IV	50	0,50	III	40	0,60	II
	30min	70	0,30	IV	50	0,50	III	40	0,60	II
	1h	65	0,35	IV	50	0,50	III	40	0,60	II
	3h	60	0,40	III	45	0,55	III	35	0,65	II
8µl/ml	15min	95	0,05	V	65	0,35	IV	55	0,45	III
	30min	80	0,20	IV	60	0,40	III	55	0,45	III
	1h	75	0,25	IV	60	0,40	III	45	0,55	III
	3h	70	0,30	IV	55	0,45	III	45	0,55	III

3.5. Effets des traitements sur les biomarqueurs

L'HE du Citron et l'azadirachtine ont été appliquées (seule et combinée) par fumigation et par ingestion sur les adultes de *S. granarius* et leurs effets ont été évalués pour déterminer l'activité des GSTs et de la catalase ainsi que le taux de la GSH chez les individus au cours de différentes périodes (24, 48 et 72 h), permettant ainsi de mettre en évidence l'intensité du mécanisme de détoxification ainsi que le stress oxydatif mis en jeu.

3.5.1. Effet sur l'activité spécifique des GSTs

3.5.1.1. Effet de l'azadirachtine

L'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités à l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion, est présentée dans le Tableau 13.

La comparaison des valeurs moyennes des séries témoins et traitées (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation, révèle une augmentation significative de ce biomarqueur à 48 h (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0289 ; témoins vs CL₅₀ : p= 0,0008) et à 72 h (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0089 ; témoins vs CL₅₀ : p=0,0006). Aucun effet n'a été signalé à 24 h (p > 0,05).

On remarque également une augmentation significative de cette activité après application de l'azadirachtine par ingestion avec la dose la plus forte (CL₅₀) à 24 h (témoins vs CL₅₀ : p=0,0104), et avec les deux doses testées à 48 h (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0015 ; témoins vs CL₅₀ : p=0,0001) et à 72 h (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0002 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence 2 groupes de moyennes à 24 h, un groupe formé de témoins, de traités par fumigation (CL₂₅ et CL₅₀) et de traités par ingestion (CL₂₅) et un deuxième groupe constitué de traités avec la CL₅₀ par ingestion. Par contre à 48 et 72 h, 2 groupes sont constatés, le premier groupe est composé de témoins et un second groupe formé de traités par fumigation et par ingestion avec les deux concentrations testées (CL₂₅ et CL₅₀).

A partir de ces résultats, on constate que le mode d'application n'a aucun effet sur l'activité spécifique des GSTs, puisqu'aucune différence n'a été signalée entre la fumigation et l'ingestion.

Tableau 13. Effet de l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	18,57 ± 0,67a	19,76 ± 0,54a	20,85 ± 0,79a	20,20 ± 0,50a	21,82 ± 0,71b	0,0159
48	18,41 ± 0,37a	21,10 ± 0,42b	22,96 ± 0,95b	22,60 ± 0,93b	24,00 ± 0,46b	0,0002
72	18,59 ± 0,92a	22,46 ± 0,99b	24,13 ± 0,71b	24,93 ± 0,50b	25,86 ± 0,63b	<0,0001

3.5.1.2. Effet de *Citrus limonum*

Les résultats de l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités à l'huile de *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et ingestion, sont présentés dans le Tableau 14.

ANOVA montre une augmentation significative de l'activité spécifique des GSTs après traitement par fumigation à l'huile de citron à tous les temps testés et avec les deux concentrations appliquées : (24 h : témoins vs CL₂₅ : p= 0,0064 ; témoins vs CL₅₀ : p= 0,0007; 48 et 72 h : p<0,0001).

On note également, une augmentation significative de ce biomarqueur après traitement par ingestion avec les deux doses testées à 24 (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0222 ; témoins vs CL₅₀ : 0,0078) à 48 et à 72 h (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0003 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence 2 groupes de moyennes à 24 et 48 h, un groupe formé uniquement des témoins, et un deuxième groupe englobe les autres séries. Par contre à 72 h, on constate 3 groupes, un groupe englobe les témoins, un second constitué des traités par fumigation avec les deux concentrations testées (CL₂₅ et CL₅₀) et un troisième groupe formé des traités (CL₂₅ et CL₅₀) par ingestion.

A partir de ces données, on peut conclure que le mode d'application n'a pas d'impact sur ce biomarqueur sauf à 72 h, où on note un effet plus marqué du traitement par fumigation par rapport à l'ingestion.

Tableau 14. Effet de l'HE de *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	18,57 ± 0,67a	24,43 ± 0,50b	26,52 ± 0,16b	23,39 ± 1,84b	24,26 ± 2,60b	0,0011
48	18,41 ± 0,37a	25,77 ± 0,37b	28,20 ± 0,78b	24,49 ± 1,38b	26,03 ± 0,67b	<0,0001
72	18,59 ± 0,92a	30,73 ± 0,62b	31,54 ± 0,20b	25,78 ± 1,67c	27,09 ± 0,05c	<0,0001

3.5.1.3. Effet combiné

L'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion est mentionnée dans le Tableau 15.

La comparaison des séries témoins et traitées (CL₂₅ et CL₅₀) par ANOVA, révèle une augmentation significative après traitement par fumigation à 24 h avec la dose la plus forte (témoins vs CL₅₀ : p=0,0010), et avec les deux doses testées à 48 (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0030 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001) et à 72 h (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0009 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001).

Par ailleurs, l'application du même traitement par ingestion met en évidence également une augmentation significative de ce biomarqueur à 24 h avec la concentration la plus élevée (témoins vs CL₅₀ : p=0,0418) et à 48 et 72 h avec les deux concentrations appliquées (p<0,0001).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, montre 2 groupes de moyennes à 24 h, un groupe formé des témoins et des traités à la CL₂₅ par fumigation et par ingestion, et un deuxième groupe constitué des traités avec la dose la plus forte (CL₅₀) par les deux modes d'application. Par contre à 48 h, on constate 4 groupes, un groupe englobe les témoins, un second constitué des traités par fumigation avec la CL₂₅, un troisième groupe formé des traités avec la CL₅₀ par les deux modes d'application et un quatrième groupe formé des traités avec la CL₂₅ par ingestion. À 72 h, on constate 3 groupes, un groupe englobe les témoins, et un deuxième groupe constitué des traités à la CL₂₅ par fumigation et par ingestion, et un dernier groupe formé des traités avec la CL₅₀ par les deux modes d'application.

A partir de ces données, on remarque que le mode d'application n'a pas d'effet sur ce biomarqueur puisqu'aucune différence n'a été signalée entre la fumigation et l'ingestion.

Tableau 15. Effet de la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	18,57 ± 0,67a	19,38± 0,30a	23,23±0,27b	20,90 ± 0,21a	21,23 ± 0,01b	0,0012
48	18,41 ± 0,37a	20,42 ± 0,00b	23,92 ± 0,11c	22,33 ± 0,55d	23,81 ± 0,14c	<0,0001
72	18,59 ± 0,92a	21,87± 0,15b	24,12 ± 0,18c	23,15 ± 0,05b	24,93 ± 0,16c	<0,0001

3.5.1.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation

En comparant les séries témoins et traitées à la CL₂₅ par ANOVA, on constate des différences significatives à 24 ($F_{3,8} = 44,13$; $p < 0,001$), 48 ($F_{3,8} = 59,88$; $p < 0,001$) et 72 h ($F_{3,8} = 75,44$; $p < 0,001$).

Chez les traités à la CL₂₅, le test HSD de Tukey met en évidence deux groupes de moyennes à 24 heures, un premier groupe composé des témoins et des traités à l'azadirachtine et à la combinaison, et un second groupe formé uniquement des traités au citron. A 48 et 72h, on remarque trois groupes de moyennes, un premier groupe constitué des témoins, un second formé des traités au citron, un troisième groupe englobe le traitement par l'azadirachtine et la combinaison (Fig. 18A).

La comparaison des séries témoins et traitées à la CL₅₀ par ANOVA, on constate des différences significatives à 24 ($F_{3,8} = 58,41$; $p < 0,001$), 48 ($F_{3,8} = 77,47$; $p < 0,001$) et 72 h ($F_{3,8} = 109,9$; $p < 0,001$).

Le classement des moyennes de l'activité spécifique des GSTs chez les traités à la CL₅₀, révèle quatre groupes à 24 et 48 h, chacun étant représenté par un traitement. A 72 h, trois groupes sont constatés, le premier est constitué des témoins, le second formé des traités au citron, le troisième englobe les traités à l'azadirachtine et à la combinaison (Fig. 18B).

De plus, on remarque que l'HE de *C. limonum* affecte le plus ce biomarqueur comparativement à l'azadirachtine et à la combinaison.

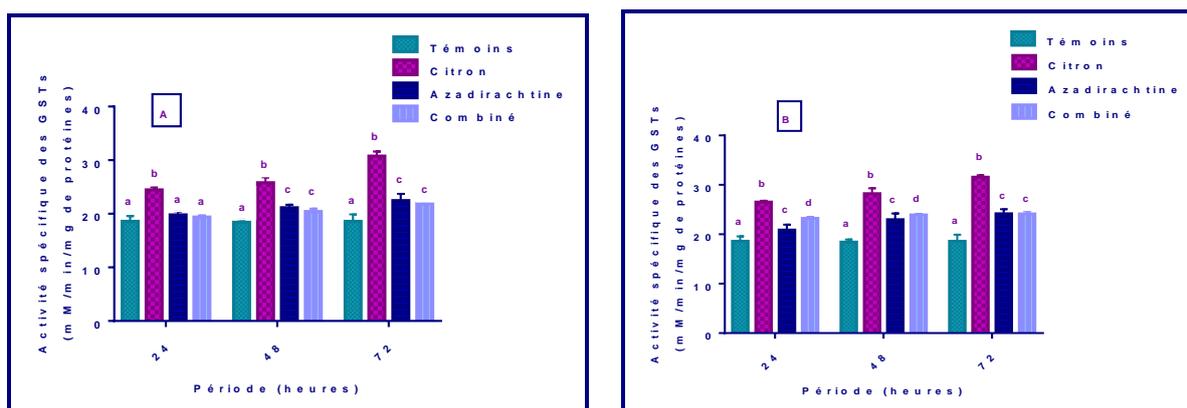


Figure 18. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par fumigation sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.5.1.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion

La comparaison des valeurs moyennes par ANOVA, révèle une différence significative de l'activité spécifique des GSTs chez les traités avec la CL₂₅, et cela à tous les temps testés (24 h : $F_{3,8} = 44,13$; $p < 0,001$; 48 h : $F_{3,8} = 59,88$; $p < 0,001$ et 72 h : $F_{3,8} = 75,44$; $p < 0,001$).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence deux groupes à 24 et 72 h, un premier groupe composé des témoins et un second groupe formé des trois séries traitées. A 48 h, trois groupes sont constatés, le premier groupe constitué uniquement des témoins, un second formé des traités au citron et un troisième groupe englobe les traités à l'azadirachtine et à la combinaison (Fig. 19A).

Concernant les traités à la CL₅₀, ANOVA révèle des différences significatives et cela à 24 ($F_{3,8} = 5,607$; $p = 0,0229$), 48 ($F_{3,8} = 20,48$; $p < 0,001$) et à 72 h après traitement ($F_{3,8} = 17,06$; $p < 0,001$).

Le classement des moyennes montre deux groupes à 24 h, un premier groupe constitué des témoins, et un second groupe formé des séries traitées. A 48 h, trois groupes sont constatés, un groupe constitué uniquement des témoins, un second formé des traités à l'azadirachtine et au citron et un troisième groupe renferme les traités à la combinaison (Fig. 19B).

De plus, on remarque que l'application de l'HE de *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) a plus d'effet sur les GSTs comparativement à l'azadirachtine et à la combinaison.

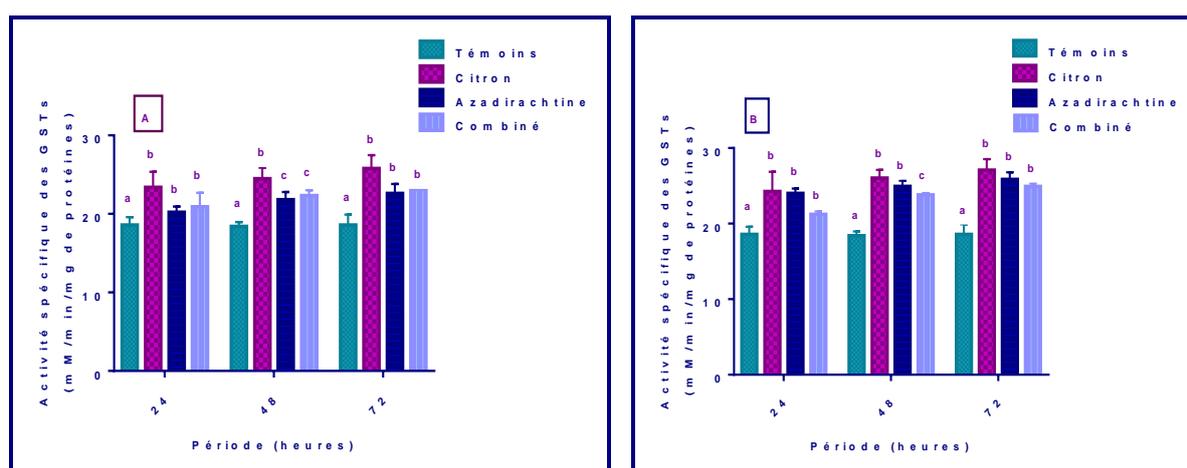


Figure 19. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par ingestion sur l'activité spécifique des GSTs (mM/min/mg de protéines) ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.5.2. Effet sur le taux de la GSH

3.5.2.1. Effet de l'azadirachtine

Les résultats du taux de la GSH ($\mu\text{M}/\text{mg}$ de protéines) chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités par fumigation et par ingestion à l'azadirachtine (CL_{25} et CL_{50}) sont représentés dans le Tableau 16.

L'application de l'azadirachtine par fumigation a induit une diminution significative du taux de la GSH à 48 h avec la dose la plus forte (témoins vs CL_{50} : $p=0,0327$), et à 72 h avec les deux doses testées (témoins vs CL_{25} : $p= 0,0218$; témoins vs CL_{50} : $p=0,0037$). Aucun effet, n'a été signalé à 24 h après traitement ($p > 0,005$).

Par contre, l'application de l'azadirachtine par ingestion, n'influence pas le taux de la GSH au cours de la période testée : 24, 48 et 72 h ($p > 0,005$).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence un seul groupe à 24 h qui englobe toutes les séries. Par contre à 48 h, on constate 2 groupes, un groupe formé des témoins et des traités (CL_{25} et CL_{50}) par ingestion et des traités à la CL_{25} par fumigation, et un deuxième groupe constitué uniquement des traités par fumigation avec la CL_{50} . À 72 h, on constate également 2 groupes de moyennes, un groupe composé des témoins et des traités avec les deux concentrations testées (CL_{25} et CL_{50}) par ingestion, et un deuxième groupe constitué des traités (CL_{25} et CL_{50}) par fumigation.

A partir de ces résultats, on peut conclure que l'azadirachtine appliquée par fumigation est le traitement qui a plus d'impact sur ce biomarqueur par rapport à l'ingestion.

Tableau 16. Effet de l'azadirachtine (CL_{25} et CL_{50}) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux de la GSH ($\mu\text{M}/\text{mg}$ de protéines) chez les adultes de *S. granarius* ($m \pm \text{SEM}$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL_{25}	CL_{50}	CL_{25}	CL_{50}	
24	296,16 \pm 5,74a	284,69 \pm 12,33a	272,95 \pm 3,94a	292,30 \pm 13,72a	286,07 \pm 2,43a	>0,05
48	293,94 \pm 7,56a	261,96 \pm 14,39a	253,22 \pm 12,13b	284,75 \pm 8,54a	274,53 \pm 6,14a	0,03
72	296,39 \pm 16,76a	244,58 \pm 3,53b	228,36 \pm 8,64b	276,47 \pm 15,90a	266,48 \pm 12,53a	0,004

3.5.2.2. Effet de *Citrus limonum*

Le taux de la GSH ($\mu\text{M}/\text{mg}$ de protéines) chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités à l'HE de *C. Limonum* (CL_{25} et CL_{50}) par fumigation et par ingestion est représenté dans le Tableau 17.

L'exposition des adultes de *S. granarius* à l'HE (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation, induit une diminution significative du taux de la GSH à 24 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001 ; CL₂₅ vs CL₅₀ : p=0,0266), 48 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001) et 72 h (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001).

Les mêmes observations ont été faites pour l'ingestion, où on a noté une diminution significative du taux de la GSH à 24 (témoins vs CL₂₅ : p=0,0007 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001), 48 (témoins vs CL₂₅ : p=0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001) et 72 h (témoins vs CL₂₅ : p=0,0006 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0002). Aucun effet dose n'a été signalé à tous les temps testés.

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence 3 groupes de moyennes à 24 h, un groupe formé uniquement des témoins, un deuxième groupe constitué des traités à la CL₂₅ par fumigation et par ingestion et un troisième groupe constitué des traités à la CL₅₀ par les deux modes d'application. À 48 et 72 h, on constate 2 groupes de moyennes, un groupe englobe les témoins, et un second groupe constitué des traités.

A partir de ces résultats, on constate que le mode d'application n'a aucun effet sur ce biomarqueur puisqu'aucune différence n'a été signalée entre la fumigation et l'ingestion.

Tableau 17. Effet de l'HE de *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux de la GSH (µM/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	296,16± 5,74a	244,84± 3,50b	223,08 ± 4,50c	259,50± 0,98b	240,27± 8,31c	<0,001
48	293,94 ± 7,56a	232,63 ± 1,83b	223,08 ± 4,50b	247,39 ± 5,10b	235,95 ± 6,10b	<0,001
72	296,39 ± 16,76a	221,15 ± 7,35b	212,18± 0,33b	236,95 ± 2,85b	229,24± 3,53b	<0,001

3.5.2.3. Effet combiné

Les résultats du taux de la GSH (µM/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités à la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion sont mentionnés dans le Tableau 18.

Le traitement par fumigation provoque une diminution significative du taux de la GSH à 24 (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0031 ; témoins vs CL₅₀ : p= 0,0003), 48 (témoins vs CL₂₅ et CL₅₀ : p<0,0001) et à 72 h (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0009 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001). Aucun effet dose n'a été signalé au cours des périodes testées (p>0,05).

On note également une diminution significative de ce biomarqueur après traitement à la combinaison par ingestion à tous les temps testés : 24 (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0061 ; témoins vs CL₅₀ : p= 0,0003), 48 (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0003 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001) et 72 h après traitement (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0035 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence 2 groupes de moyennes à 24, 48 et 72 h, un groupe formé uniquement des témoins, et un deuxième groupe constitué des traités par les deux modes d'application (fumigation et ingestion) et avec les deux concentrations testées (CL₂₅ et CL₅₀).

A partir de ces résultats, on ne constate pas l'effet mode d'application sur ce biomarqueur puisqu'aucune différence n'a été signalée entre la fumigation et l'ingestion.

Tableau 18. Effet de la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux de la GSH (µM/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	296,16 ± 5,74a	259,36 ± 6,99b	245,59 ± 2,07b	262,78 ± 3,21b	244,96 ± 9,27b	0,0002
48	293,94 ± 7,56a	246,69 ± 0,74b	232,96 ± 1,00b	257,48 ± 1,00b	228,59 ± 2,92b	<0,0001
72	296,39 ± 16,76a	237,00 ± 4,41b	208,23 ± 1,33b	244,96 ± 9,27b	206,04 ± 4,93b	<0,0001

3.5.2.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation

La comparaison des valeurs moyennes par ANOVA, révèle une différence significative de l'activité spécifique des GSTs chez les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₂₅, et cela à tous les temps testés (24 h : F_{3,8} =14,35 ; p=0,0014 ; 48 h : F_{3,8} =15 ; p=0,0012 et 72 h : F_{3,8} =19,67 ; p=0,0005).

Chez les traités à la CL₂₅ et d'après le test HSD de Tukey, le taux de la GSH marque deux groupes de moyennes à 24 h, un premier groupe composé des témoins et des traités à l'azadirachtine, et un second groupe formé des traités au citron et à la combinaison. A 48 et 72 h, on a remarqué deux groupes, un groupe constitué des témoins et un deuxième renferme toutes les séries traitées (Fig. 20A).

En comparant les séries témoins et traitées à la CL₅₀ par ANOVA, on constate des différences significatives à 24 (F_{3,8} =71,94 ; p<0,001), 48 (F_{3,8} =27,26 ; p=0,0001) et 72 h (F_{3,8} =29,27 ; p=0,001).

Le classement des moyennes du taux de la GSH chez les traités à la CL₅₀, révèle quatre groupes à 24 h, chacun étant composé par une série. A 48 h, on remarque trois groupes, un

premier groupe constitué des témoins, un second formé des traités au citron, et un troisième groupe englobe les traités à l'azadirachtine et à la combinaison. Enfin, deux groupes sont constatés à 72 h, un premier groupe constitué des témoins et un dernier formé de toutes les séries traitées (Fig. 20B).

A partir de ces résultats, on remarque que l'HE de *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) a plus d'effet sur la GSH comparativement à l'azadirachtine et à la combinaison.

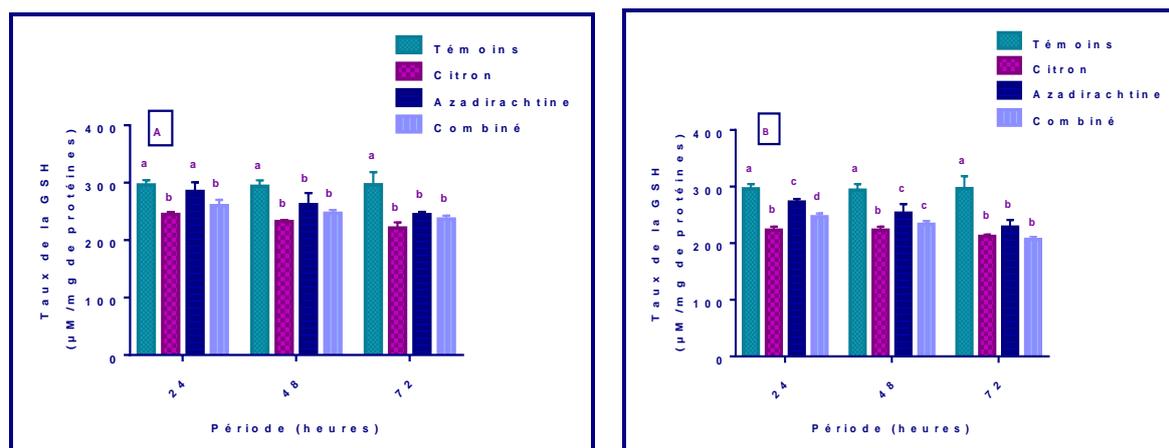


Figure 20. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par fumigation sur le taux de la GSH (µM/mg de protéines) ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.5.2.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion

La comparaison des valeurs moyennes par ANOVA, révèle une différence significative du taux de la GSH chez les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₂₅, et cela à tous les temps testés (24 h : $F_{3,8} = 10,01$; $p=0,0044$; 48 h : $F_{3,8} = 17,06$; $p=0,0008$ et 72 h : $F_{3,8} = 8,36$; $p=0,0075$).

Chez les traités à la CL₂₅ et d'après le test HSD de Tukey, le taux de la GSH marque deux groupes de moyennes à tous les temps testés : 24, 48 et 72 h, un premier groupe composé des témoins et des traités à l'azadirachtine, et un dernier groupe formé des traités au citron et à la combinaison (Fig. 21A).

Pour les traités à la CL₅₀, et d'après le test ANOVA, on note une différence significative du taux de ce biomarqueur chez les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison et cela à tous les temps testés (24 h : $F_{3,8} = 27,27$; $p=0,0001$; 48 h : $F_{3,8} = 47,94$; $p<0,0001$ et 72 h : $F_{3,8} = 24,69$; $p=0,0002$).

Le classement des moyennes du taux de la GSH chez les traités à la CL₅₀, révèle deux groupes à 24, 48 et 72 h, un premier groupe composé des témoins et des traités à l'azadirachtine, et un dernier groupe formé des traités au citron et à la combinaison (Fig. 21B).

A partir de ces résultats, on remarque que l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) a plus d'effet sur la GSH comparativement au citron et à la combinaison.

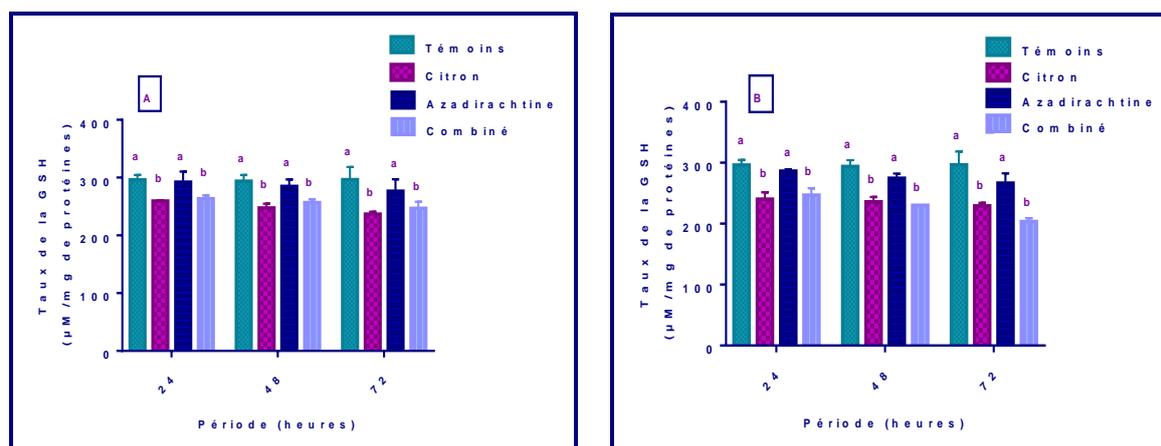


Figure 21. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par ingestion sur le taux de la GSH (µM/mg de protéines) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.5.3. Effet sur l'activité spécifique de la catalase

3.5.3.1. Effet de l'azadirachtine

L'activité spécifique de la catalase (µM//min/mg de protéines) chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités à l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion est présentée dans le Tableau 19.

Le traitement à l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation provoque une diminution significative de l'activité de la catalase uniquement à 72 h avec la concentration la plus élevée (témoins vs CL₅₀ : p= 0,0003). Par contre, aucun effet n'a été signalé à 24 et 48 h (p>0,05).

On note également une diminution significative de ce biomarqueur après traitement par ingestion à 48 h avec la CL₅₀ (témoins vs CL₅₀ : p= 0,0285), et à 72 h avec les deux concentrations (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0116 ; témoins vs CL₅₀ : p=0,0007). Aucun effet n'a été signalé à 24 h (p>0,05).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence un seul groupe de moyennes à 24 h. Par contre à 48 heures, on constate 2 groupes, un groupe formé des témoins,

des traités à la CL₂₅ par les deux modes d'application et des traités à la CL₅₀ par fumigation, et un deuxième groupe constitué uniquement des traités par ingestion avec la CL₅₀. À 72 h, on constate 2 groupes, un groupe englobe les témoins et les traités par fumigation à la CL₂₅, et un deuxième groupe constitué des traités par fumigation avec la dose la plus forte (CL₅₀) et par ingestion avec les deux concentrations testées (CL₂₅ et CL₅₀).

A partir de ces résultats, on constate que l'application de l'azadirachtine par ingestion est le traitement qui a plus d'effet sur ce biomarqueur.

Tableau 19. Effet de l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique de la catalase ($\mu\text{M}/\text{min}/\text{mg}$ de protéines) chez les adultes de *S. granarius* ($m \pm \text{SEM}$, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	25,65 \pm 0,67a	26,14 \pm 0,47a	26,88 \pm 0,58a	26,10 \pm 0,83a	27,14 \pm 0,84a	0,3799
48	25,79 \pm 0,78a	26,89 \pm 0,74a	27,49 \pm 0,84a	27,54 \pm 0,35a	28,52 \pm 0,31b	0,0460
72	25,69 \pm 0,90a	28,36 \pm 0,90a	29,07 \pm 0,06b	28,78 \pm 0,58b	30,26 \pm 0,45b	0,0010

3.5.3.2. Effet de *Citrus limonum*

L'activité spécifique de la catalase ($\mu\text{M}/\text{min}/\text{mg}$ de protéines) chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités au *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion est présentée dans le Tableau 20.

Le traitement par fumigation provoque une augmentation significative de l'activité spécifique de la catalase à 48 et 72 h avec la concentration la plus élevée (témoins vs CL₅₀ : p= 0,0376 et 0,0034 respectivement). Par contre, aucun effet n'a été signalé à 24 h (p>0,05).

On note également une diminution significative de ce biomarqueur après traitement par ingestion à 48 et 72 h avec la CL₅₀ (témoins vs CL₅₀ : p= 0,0285 et 0,0007 respectivement). Aucun effet n'a été signalé à 24 h (p>0,05).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence 1 groupe de moyennes à 24 h, qui englobe toutes les séries. Par contre à 48 et 72 h, on note 2 groupes, le premier groupe constitué des témoins et des traités à la CL₂₅ par fumigation et par ingestion et un second groupe formé des traités à la CL₅₀ par les deux modes d'application.

A partir de ces résultats, on ne constate pas l'effet mode d'application sur ce biomarqueur puisqu'aucune différence n'a été signalée entre la fumigation et l'ingestion.

Tableau 20. Effet de l'HE de *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique de la catalase ($\mu\text{M}/\text{min}/\text{mg}$ de protéines) chez les adultes de *S. granarius* ($m \pm \text{SEM}$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	25,65 \pm 0,67a	24,49 \pm 0,30a	26,33 \pm 0,84a	25,32 \pm 0,44a	26,70 \pm 0,62a	0,0595
48	25,79 \pm 0,78a	25,31 \pm 0,20a	27,82 \pm 0,70b	25,99 \pm 0,07a	28,95 \pm 0,28b	0,0004
72	25,69 \pm 0,90a	26,24 \pm 0,71a	29,07 \pm 0,11b	27,48 \pm 0,34a	31,02 \pm 0,40b	<0,0001

3.5.3.3. Effet combiné

L'activité spécifique de la catalase ($\mu\text{M}/\text{min}/\text{mg}$ de protéines) chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités à la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion est présentée dans le Tableau 21.

Le traitement par fumigation provoque une diminution significative de l'activité spécifique de la catalase à 48 (témoins vs CL₂₅ : $p=0,0311$; témoins vs CL₅₀ : $p=0,0004$), et 72 h (témoins vs CL₂₅ : $p=0,0005$; témoins vs CL₅₀ : $p<0,0001$). Aucun effet n'a été signalé à 24 h après traitement ($p>0,05$).

Concernant l'application de la combinaison par ingestion, on note également une augmentation significative de ce biomarqueur à 24 h avec la CL₅₀ (témoins vs CL₅₀ : $p=0,0003$), et à 48 (témoins vs CL₂₅ : $p<0,0001$; témoins vs CL₅₀ : $p<0,0001$) et 72 h avec les deux concentrations testées (témoins vs CL₂₅ : $p<0,0001$; témoins vs CL₅₀ : $p=0,0005$).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence 2 groupes de moyennes à 24 h, un premier groupe englobe les témoins, les traités (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et les traités à la CL₂₅ par ingestion et un second groupe constitué des traités à la CL₅₀ par ingestion. Par contre à 48h, on constate 4 groupes, un premier groupe formé des témoins, un deuxième groupe constitué des traités avec les deux concentrations testées (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation, un troisième groupe composé des traités à la CL₂₅ par ingestion et un dernier groupe formé des traités à la CL₅₀ par ingestion. A 72 h, 2 groupes sont observés, un premier groupe constitué uniquement des témoins et un dernier groupe englobe les autres séries traitées.

Tableau 21. Effet de la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur l'activité spécifique de la catalase ($\mu\text{M}/\text{min}/\text{mg}$ de protéines) chez les adultes de *S. granarius* ($m \pm \text{SEM}$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	25,65 \pm 0,67a	25,27 \pm 0,11a	26,46 \pm 0,10a	26,14 \pm 0,06a	28,28 \pm 0,12b	<0,0001
48	25,79 \pm 0,78a	27,51 \pm 0,04b	28,99 \pm 0,27b	29,58 \pm 0,24c	35,18 \pm 0,00d	<0,0001
72	25,69 \pm 0,90a	31,09 \pm 0,00b	33,52 \pm 0,31b	32,99 \pm 0,51b	31,19 \pm 1,38b	<0,0001

3.5.3.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation

La comparaison des valeurs moyennes par ANOVA, révèle une différence significative de l'activité spécifique de la catalase chez les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₂₅, et cela à 48 ($F_{3,8} = 4,42$; $p=0,0411$) et 72 h ($F_{3,8} = 17,72$; $p=0,0007$). Aucun effet n'a été signalé à 24 h ($p>0,05$).

Chez les traités à la CL₂₅ et d'après le test HSD de Tukey, l'activité de la catalase marque un seul groupe de moyennes à 24 h. A 48 et 72 h, on a remarqué deux groupes, un groupe constitué des témoins et des traités à l'azadirachtine et au citron, et un second groupe formé des traités à la combinaison (Fig. 22A).

En comparant les valeurs moyennes par ANOVA, on note une différence significative de l'activité spécifique de la catalase chez les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₅₀, et cela à 48 h ($F_{3,8} = 5,843$; $p=0,0205$) et à 72 h ($F_{3,8} = 65,24$; $P<0,0001$). Aucun effet n'a été signalé à 24 h ($p>0,05$).

Le classement des moyennes de l'activité spécifique de la catalase chez les traités à la CL₅₀, révèle un seul groupe à 24 h, constitué des témoins et des traités. A 48 h, 2 groupes sont observés, un groupe constitué des témoins, des traités au citron et à l'azadirachtine, et un second groupe formé des traités à la combinaison. A 72 h, trois groupes ont été signalés, un premier groupe renferme les témoins, un second groupe formé des traités au citron et à l'azadirachtine et le dernier groupe formé du traitement combiné (Fig. 22B).

A partir de ces résultats, on remarque que le traitement combiné (CL₂₅ et CL₅₀) a plus d'effet sur la catalase comparativement à l'azadirachtine seule et au citron seul.

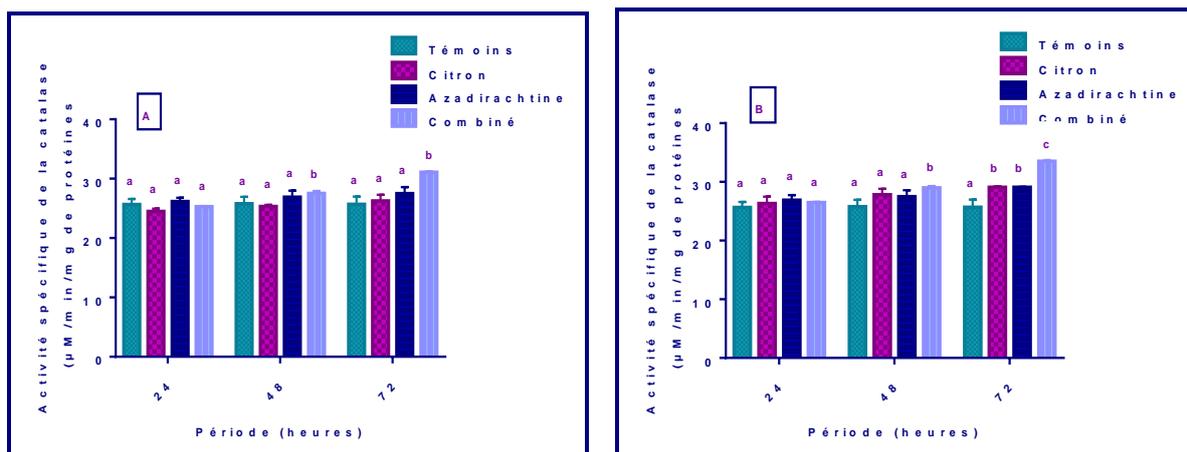


Figure 22. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par fumigation sur l'activité spécifique de la catalase (µM/min/mg de protéines) ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.5.3.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion

La comparaison des valeurs moyennes par ANOVA, révèle une différence significative de l'activité spécifique de la catalase chez les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₂₅, et cela à 48 h ($F_{3,8} = 22,35$; $p=0,0003$) et 72 h ($F_{3,8} = 37,37$; $P<0,0001$). Aucun effet n'a été signalé à 24 h ($p>0,05$).

D'après le test HSD de Tukey, l'activité spécifique de la catalase révèle un seul groupe à 24 h, constitué des témoins et des traités à la CL₂₅. Par contre à 48 et 72 h, on observe 3 groupes de moyennes, un premier groupe formé des témoins et des traités au citron, un second groupe composé des traités à l'azadirachtine, et un dernier groupe renferme les traités à la combinaison (Fig. 23A).

De plus, ANOVA révèle une différence significative de l'activité spécifique de la catalase chez les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₅₀, à tous les temps testés : 24 ($F_{3,8} = 4,843$; $p=0,0331$), 48 ($F_{3,8} = 105,7$; $p<0,0001$) et 72 h ($F_{3,8} = 15,47$; $p=0,0011$).

Le classement des moyennes de l'activité spécifique de la catalase chez les traités à la CL₅₀ par le Test HSD de Tukey, signale 2 groupes à 24 h, un groupe composé des témoins et des traités au citron et à l'azadirachtine et un deuxième groupe formé uniquement des traités à la combinaison. A 48 h, trois groupes ont été observés, un premier groupe renferme les témoins, un second groupe formé des traités au citron et à l'azadirachtine et un dernier groupe formé

des traités à la combinaison. A 72 h, 2 groupes sont constatés, un premier groupe constitué uniquement des témoins et un dernier groupe formé des séries traitées (Fig. 23B).

A partir de ces résultats, on remarque que le traitement combiné (CL₂₅ et CL₅₀) a plus d'effet sur la catalase comparativement à l'azadirachtine et au citron.

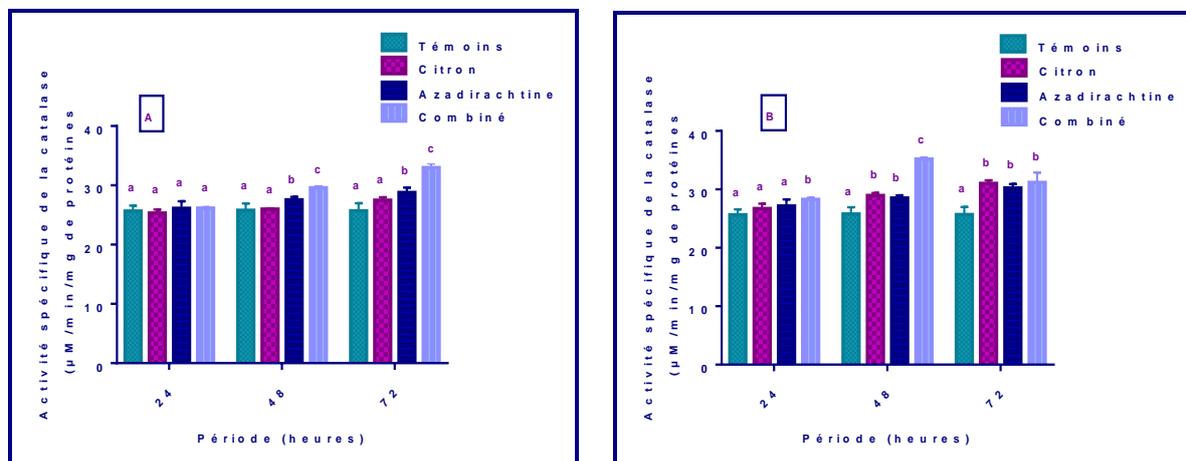


Figure 23. Effet des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par ingestion sur l'activité spécifique de la catalase ($\mu\text{M}/\text{min}/\text{mg}$ de protéines) ($m \pm \text{SEM}$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.6. Effet des traitements sur les protéines totales

L'HE du citron et l'azadirachtine ont été appliquées (seule et combinée) par fumigation et par ingestion sur les adultes de *S. granarius* et leurs effets ont été évalués sur les protéines totales au cours de différentes périodes (24, 48 et 72 h).

3.6.1. Effet de l'azadirachtine

Le traitement des adultes de *S. granarius* à l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion provoque une diminution significative du contenu en protéines à 24 (témoins vs CL₂₅ : $p < 0,0001$; témoins vs CL₅₀ : $p < 0,0001$), 48 (témoins vs CL₂₅ : $p < 0,0001$; témoins vs CL₅₀ : $p < 0,0001$) et 72 h (témoins vs CL₂₅ : $p < 0,0001$; témoins vs CL₅₀ : $p < 0,0001$).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence trois groupes de moyennes à 24 h, le premier groupe formé uniquement des témoins, un second constitué des traités avec la dose la plus faible de l'azadirachtine par fumigation et un troisième groupe composé des traités par ingestion avec les deux concentrations testées et par fumigation avec la plus forte dose (CL₅₀). A 48 et 72 h, on a constaté deux groupes de moyennes, le premier

groupe renferme les témoins et le dernier groupe formé des séries traitées avec les deux concentrations létales et par les deux modes d'application (Tableau 22).

D'après les résultats obtenus, on remarque que les deux modes d'application ont le même effet sur ce composé biochimique puisqu'aucune différence n'a été signalée entre les traités.

Tableau 22. Effet de l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le contenu en protéines totales (joules/individu) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : Test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	3,61 ± 0,04a	0,92 ± 0,02b	0,74 ± 0,02c	0,77 ± 0,06c	0,69 ± 0,02c	<0,0001
48	3,61 ± 0,05a	0,83 ± 0,01b	0,73 ± 0,04b	0,73 ± 0,12b	0,61 ± 0,13b	<0,0001
72	3,61 ± 0,00a	0,78 ± 0,02b	0,65 ± 0,03b	0,69 ± 0,08b	0,53 ± 0,05b	<0,0001

3.6.2. Effet de *Citrus limonum*

Le traitement des adultes de *S. granarius* au citron (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion provoque une diminution significative du contenu en protéines à 24 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001), 48 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001) et 72 h (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence cinq groupes de moyennes à 24 h, chacun étant formé par une série. A 48 h, on a constaté trois groupes de moyennes, le premier groupe renferme les témoins, un deuxième groupe constitué des traités par fumigation et par ingestion avec la dose la plus faible (CL₂₅) et un troisième groupe formé des traités par les 2 modes d'application avec la dose la plus forte (CL₅₀). A 72 h, 3 groupes de moyennes sont signalés, un groupe formé uniquement des témoins, un second constitué des traités par fumigation avec les deux concentrations testées (CL₂₅ et CL₅₀) et le dernier groupe composé des traités par ingestion avec les deux concentrations testées (Tableau 23).

A partir de ces données, on peut conclure que l'ingestion est le mode d'application qui affecte le plus ce composé biochimique.

Tableau 23. Effet de l'HE de *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les protéines totales (joules/individu) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : Test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	3,61 ± 0,04a	0,99 ± 0,07b	0,49 ± 0,03c	1,30 ± 0,06d	0,92 ± 1,14e	<0,0001
48	3,61 ± 0,05a	1,31 ± 0,14b	0,86 ± 0,11c	1,07 ± 0,04b	0,66 ± 0,04c	<0,0001
72	3,61 ± 0,00a	1,36 ± 0,12b	1,14 ± 0,05b	0,70 ± 0,16c	0,62 ± 0,03c	<0,0001

3.6.3. Effet combiné

Le traitement des adultes de *S. granarius* à la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion provoque une diminution significative du contenu en protéines à 24 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001), 48 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001) et 72 h (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001). L'effet dose a été remarqué chez les traités par fumigation et par ingestion uniquement à 72 h (CL₂₅ vs CL₅₀ : 0,0044 et 0,0002 respectivement).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence 3 groupes de moyennes à 24 et 48 h, le premier formé uniquement des témoins, un second constitué des traités par fumigation avec les deux concentrations testées (CL₂₅ et CL₅₀) et le dernier groupe composé des traités par ingestion avec la CL₂₅ et la CL₅₀. Par contre à 72 h, on a constaté cinq groupes de moyennes, chacun étant composé par une série.

A partir de ces données, on peut conclure que ce composé biochimique est plus affecté par ce traitement combiné par fumigation.

Tableau 24. Effet de la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les protéines totales (joules/individu) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	3,61 ± 0,04a	1,27 ± 0,10b	1,17 ± 0,05b	2,83 ± 0,04c	2,66 ± 0,04c	<0,0001
48	3,61 ± 0,05a	1,22 ± 0,06b	1,08 ± 0,12b	2,58 ± 0,05c	2,54 ± 0,02c	<0,0001
72	3,61 ± 0,00a	1,17 ± 0,08b	0,87 ± 0,03c	2,49 ± 0,02d	2,03 ± 0,07e	<0,0001

3.6.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation

La comparaison des valeurs moyennes par ANOVA, révèle une différence significative du contenu en protéines chez les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la

combinaison avec la CL₂₅, et cela à 24 ($F_{3,8} = 577,9 ; p < 0,0001$), 48 ($F_{3,8} = 350,2 ; p < 0,0001$), et 72h ($F_{3,8} = 440,8 ; p < 0,0001$).

Chez les traités à la CL₂₅ et d'après le test HSD de Tukey, les protéines marquent trois groupes de moyennes à 24 h, un groupe formé des témoins, un deuxième groupe constitué des traités au citron et à l'azadirachtine et un dernier groupe composé des traités à la combinaison. A 48 et 72 h, on a remarqué également trois groupes, un groupe constitué des témoins, un second formé des traités au citron et à la combinaison, et un troisième groupe englobe les traités à l'azadirachtine (Fig. 24A).

En comparant les valeurs moyennes par ANOVA, on note une différence significative du contenu en protéines chez les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₅₀, à tous les temps testés : 24 ($F_{3,8} = 2006 ; p < 0,0001$), 48 ($F_{3,8} = 334,6 ; p < 0,0001$) et 72 h ($F_{3,8} = 2114 ; p < 0,0001$).

Le classement des moyennes du contenu en protéines chez les traités à la CL₅₀, révèle quatre groupes à 24 et 72 h, chacun étant formé d'une série. Par contre à 48 h, trois groupes ont été signalés, le premier groupe renferme les témoins, le deuxième groupe constitué du citron et de l'azadirachtine et le dernier groupe formé du traitement combiné (Fig. 24B).

A partir de ces résultats, on constate que l'azadirachtine est le traitement qui a plus d'effet sur ce paramètre biochimique comparativement au citron et au traitement combiné.

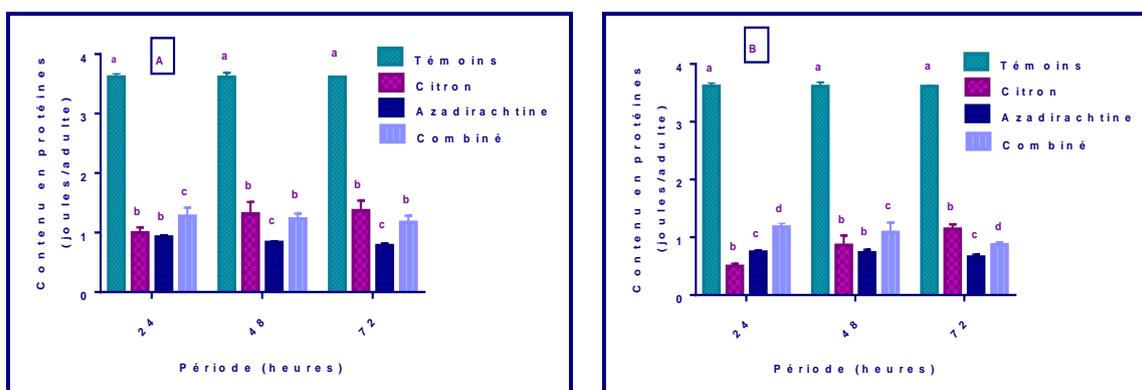


Figure 24. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par fumigation sur le contenu en protéines totales (joules/individu) ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.6.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion

La comparaison des valeurs moyennes par ANOVA, révèle une différence significative du contenu en protéines chez les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la

combinaison avec la CL₂₅, et cela à 24 ($F_{3,8} = 868,3$; $p < 0,0001$), 48 ($F_{3,8} = 513,6$; $p < 0,0001$), et 72 h ($F_{3,8} = 370,5$; $p < 0,0001$).

Chez les traités à la CL₂₅ et d'après le test HSD de Tukey, le contenu en protéines marque quatre groupes à 24 et 48 h, chacun étant composé d'une série. Par ailleurs, trois groupes de moyennes ont été constatés à 72 h, un groupe composé des témoins, un deuxième groupe formé des traités au citron et l'azadirachtine et un dernier groupe renfermant le traitement combiné (Fig. 25A).

Les valeurs moyennes du contenu en protéines marquent des différences significatives chez les témoins et les traités au citron, à l'azadirachtine et à la combinaison avec la CL₅₀ à tous les temps testés : 24 ($F_{3,8} = 476,4$; $p < 0,0001$), 48 ($F_{3,8} = 587,5$; $p < 0,0001$), et 72 h ($F_{3,8} = 1290$; $p < 0,0001$).

Le classement de ces moyennes révèle trois groupes à 24, 48 et 72 h, un groupe composé des témoins, un deuxième groupe formé des traités au citron et l'azadirachtine et un dernier groupe renferme le traitement combiné (Fig. 25B).

A partir de ces résultats, on constate que le citron et l'azadirachtine ont plus d'effet sur ce paramètre biochimique comparativement à la combinaison.

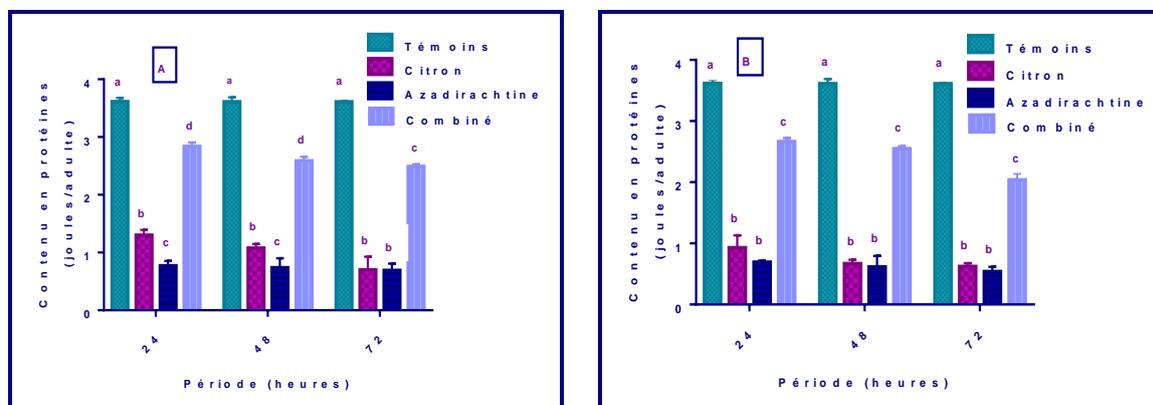


Figure 25. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par ingestion sur le contenu en protéines totales (joules/individu) ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.7. Effet des traitements sur les réserves énergétiques

Les réserves énergétiques (joules/individu) ont été déterminées chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités par fumigation et par ingestion au citron, à l'azadirachtine et à la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) et les résultats obtenus sont présentés dans les Tableaux 25, 26 et 27.

3.7.1. Effet de l'azadirachtine

Le traitement des adultes de *S. granarius* par fumigation à l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀), provoque une diminution significative des réserves énergétiques avec un effet dose-réponse à 24 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001 ; CL₂₅ vs CL₅₀ : p=0,0001), 48 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001 ; CL₂₅ vs CL₅₀ : p<0,0001) et 72 h après traitement (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001 ; CL₂₅ vs CL₅₀ : p=0,0119).

Les mêmes observations ont été signalées chez les individus traités à l'azadirachtine par ingestion à la CL₂₅ et la CL₅₀ où on a noté une diminution de ces réserves avec une relation dose-réponse et cela à tous les temps testés : 24 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001 ; CL₂₅ vs CL₅₀ : p=0,0008), 48 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001 ; CL₂₅ vs CL₅₀ : p=0,0168) et 72 h après traitement (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001 ; CL₂₅ vs CL₅₀ : p=0,0004).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence trois groupes de moyennes à 24 h, le premier groupe renferme les témoins, un deuxième groupe constitué des traités par fumigation et par ingestion avec la dose la plus faible (CL₂₅) et un troisième groupe formé des traités à la CL₅₀ par les deux modes d'application. Par contre à 48 h, on a constaté cinq groupes de moyennes, chacun étant constitué d'une série. Par ailleurs, quatre groupes de moyennes ont été constatés à 72 h, le premier groupe renferme les témoins, un second groupe constitué des traités par fumigation avec la dose la plus faible (CL₂₅), un troisième groupe formé des traités par fumigation et par ingestion avec la dose la plus forte (CL₅₀) et un dernier groupe renferme les traités par ingestion avec la dose la plus faible (CL₂₅).

A partir de ces données, on peut dire que le mode d'application n'a aucun effet sur ces réserves énergétiques.

Tableau 25. Effet de l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les réserves énergétiques (joules/individu) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	8,30 ± 0,17a	4,54 ± 0,13b	3,53 ± 0,05c	4,53 ± 0,10b	3,71 ± 0,07c	<0,0001
48	8,18 ± 0,11a	4,31 ± 0,08b	2,95 ± 0,00c	3,90 ± 0,14d	3,45 ± 0,10e	<0,0001
72	7,87 ± 0,27a	3,19 ± 0,06b	2,39 ± 0,19c	3,84 ± 0,15d	2,56 ± 0,06c	<0,0001

3.7.2. Effet de *Citrus limonum*

L'application du citron par fumigation sur les adultes de *S. granarius*, induit une diminution significative des réserves énergétiques au cours des périodes étudiées : 24 (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0077; témoins vs CL₅₀ : p= 0,0014), 48 (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0003; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001) et 72 h (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001). Un effet dose a été constaté uniquement à 48 h après traitement (CL₂₅ vs CL₅₀ : p=0,0104).

On note également une diminution de ces réserves après traitement au citron par ingestion à 24 (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0183; témoins vs CL₅₀ : p= 0,0013), à 48 (témoins vs CL₂₅ : p= 0,0049; témoins vs CL₅₀ : p=0,0005) et à 72 h (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001). Aucun effet dose n'a été signalé au cours de ces périodes.

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence deux groupes de moyennes à 24 et 72 h, le premier groupe renferme les témoins et le dernier groupe formé des séries traitées. A 48 h, on a constaté trois groupes de moyennes, le premier groupe renferme les témoins, un second groupe constitué des traités par fumigation avec la CL₂₅ et par ingestion avec les deux concentrations testées (CL₂₅ et CL₅₀) et un troisième groupe formé des traités par fumigation avec la dose la plus forte (CL₅₀).

D'après les résultats obtenus, aucun effet mode d'application n'a été mentionné sur ces réserves énergétiques.

Tableau 26. Effet de l'HE de *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les réserves énergétiques (joules/individu) chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	8,30 ± 0,17a	6,73 ± 0,15b	6,32 ± 0,57b	6,93 ± 0,29b	6,29 ± 0,19b	0,0010
48	8,18 ± 0,11a	5,14 ± 0,70b	3,24 ± 0,42c	6,05 ± 0,09b	5,32 ± 0,21b	<0,0001
72	7,87 ± 0,27a	3,21 ± 0,26b	3,04 ± 0,22b	3,77 ± 0,09b	3,47 ± 0,13b	<0,0001

3.7.3. Effet combiné

L'application de la combinaison par fumigation sur les adultes de *S. granarius*, induit une diminution significative des réserves énergétiques au cours des périodes étudiées : 24 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001), 48 (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ : p<0,0001) et 72 h (témoins vs CL₂₅ : p<0,0001 ; témoins vs CL₅₀ :

$p < 0,0001$). Un effet dose a été constaté uniquement à 24 h après traitement (CL₂₅ vs CL₅₀ : $p = 0,0283$).

On note également une diminution de ces réserves après traitement à la combinaison par ingestion à 24 (témoins vs CL₂₅ : $p = 0,0004$; témoins vs CL₅₀ : $p < 0,0001$), à 48 (témoins vs CL₂₅ : $p < 0,0001$; témoins vs CL₅₀ : $p < 0,0001$) et à 72 h (témoins vs CL₂₅ : $p < 0,0001$; témoins vs CL₅₀ : $p < 0,0001$). Un effet dose a été signalé au cours de ces périodes testées (CL₂₅ vs CL₅₀ : 24 h : $p = 0,0001$; 48 h : $p = 0,0003$ et 72 h : $p = 0,0386$).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, met en évidence trois groupes à 24 h, le premier groupe renferme les témoins, un deuxième groupe constitué des traités par fumigation et par ingestion avec la dose la plus faible (CL₂₅) et un troisième groupe formé des traités à la CL₅₀ par les deux modes d'application. A 48 et 72 h, on a signalé également trois groupes, un groupe qui renferme les témoins, un second formé des traités par fumigation avec les deux doses appliquées et des traités par ingestion avec la CL₂₅ et un troisième constitué des traités par ingestion avec la CL₅₀.

D'après les résultats obtenus, on remarque que l'ingestion est le mode d'application qui affecte le plus ces réserves énergétiques.

Tableau 27. Effet de la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur les réserves énergétiques (joules/individu) chez les adultes de *S. granarius* ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Témoins	Fumigation		Ingestion		P
		CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	8,30 ± 0,17a	5,79 ± 0,08b	4,82 ± 0,39c	6,50 ± 0,18b	4,42 ± 0,14c	<0,0001
48	8,18 ± 0,11a	4,74 ± 0,25b	4,14 ± 0,06b	5,27 ± 0,21b	3,83 ± 0,20c	<0,0001
72	7,87 ± 0,27a	3,53 ± 0,10b	3,00 ± 0,12b	3,44 ± 0,26b	2,70 ± 0,13c	<0,0001

3.7.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation

La comparaison des valeurs moyennes des réserves énergétiques par ANOVA, révèle une différence significative chez les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₂₅, et cela à 24 ($F_{3,8} = 196,1$; $p < 0,0001$), 48 ($F_{3,8} = 31,24$; $p < 0,0001$), et 72 h ($F_{3,8} = 222,3$; $p < 0,0001$).

Chez les traités à la CL₂₅ et d'après le test HSD de Tukey, ces réserves marquent quatre groupes de moyennes à 24 h, chacun étant formé d'une série. A 48 et 72 h, on a remarqué deux groupes, un groupe constitué des témoins, et un second formé des séries traitées (Fig. 26A).

En comparant les valeurs moyennes des réserves énergétiques par ANOVA, on note des différences significatives chez les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₅₀, et cela à 24 ($F_{3,8} = 50,65$; $p < 0,0001$), à 48 ($F_{3,8} = 210,9$; $p < 0,0001$), et à 72 h ($F_{3,8} = 240,2$; $p < 0,0001$).

Le classement des moyennes des réserves énergétiques chez les traités à la CL₅₀, révèle trois groupes à 24 h, un premier groupe constitué des témoins, un second formé des traités au citron, et un troisième groupe englobe le traitement à l'azadirachtine et à la combinaison. A 48 h, trois groupes ont été signalés également, le premier groupe renferme les témoins, le deuxième groupe constitué du citron et de l'azadirachtine et le dernier groupe formé de la combinaison. Par contre à 72 h, 2 groupes sont observés, un groupe constitué des témoins et un dernier groupe formé des traités (Fig. 26B).

A partir de ces résultats, on constate que les trois traitements ont le même effet sur ces réserves énergétiques.

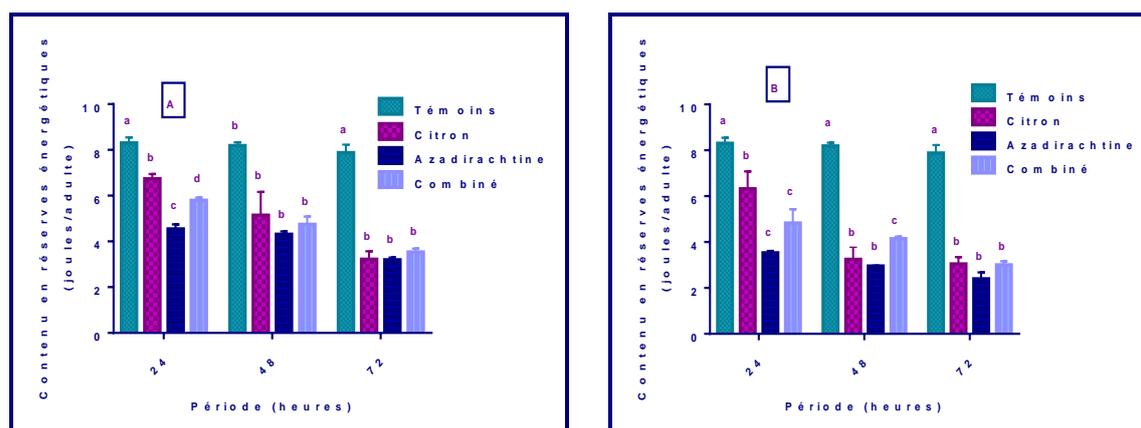


Figure 26. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par fumigation sur les réserves énergétiques (joules/individu) ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.7.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion

La comparaison des valeurs moyennes des réserves énergétiques par ANOVA, révèle une différence significative entre les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₂₅, et cela à 24 ($F_{3,8} = 101,4$; $p < 0,0001$), 48 ($F_{3,8} = 245,7$; $p < 0,0001$), et 72 h ($F_{3,8} = 171,3$; $p < 0,0001$).

Chez les traités à la CL₂₅ et d'après le test HSD de Tukey, les réserves énergétiques marquent trois groupes de moyennes à 24 h, un groupe constitué des témoins, un second groupe formé des traités au citron et à la combinaison et un dernier groupe englobe les traités à l'azadirachtine. À 48 h, on a constaté quatre groupes, chacun étant constitué d'une série. Deux

groupes de moyennes sont observés à 72 h, un groupe constitué des témoins, un dernier groupe formé des traités (Fig. 27A).

Le test ANOVA appliqué sur les valeurs moyennes des réserves énergétiques chez les adultes de *S. granarius* témoins et traités à la CL₅₀, met en évidence des différences significatives à 24 ($F_{3,8} = 270,4$; $p < 0,0001$), 48 ($F_{3,8} = 268,2$; $p < 0,0001$), et 72 h ($F_{3,8} = 360,9$; $p < 0,0001$).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, révèle quatre groupes à 24 h, chacun étant constitué d'une série. A 48 et 72 h, trois groupes sont constatés, un premier groupe constitué des témoins, un second formé des traités au citron, et un troisième groupe englobe les traités à l'azadirachtine et la combinaison (Fig. 27B).

A partir de ces résultats, on constate que l'azadirachtine est le traitement qui a plus d'effet sur ces réserves énergétiques comparativement au citron et à la combinaison.

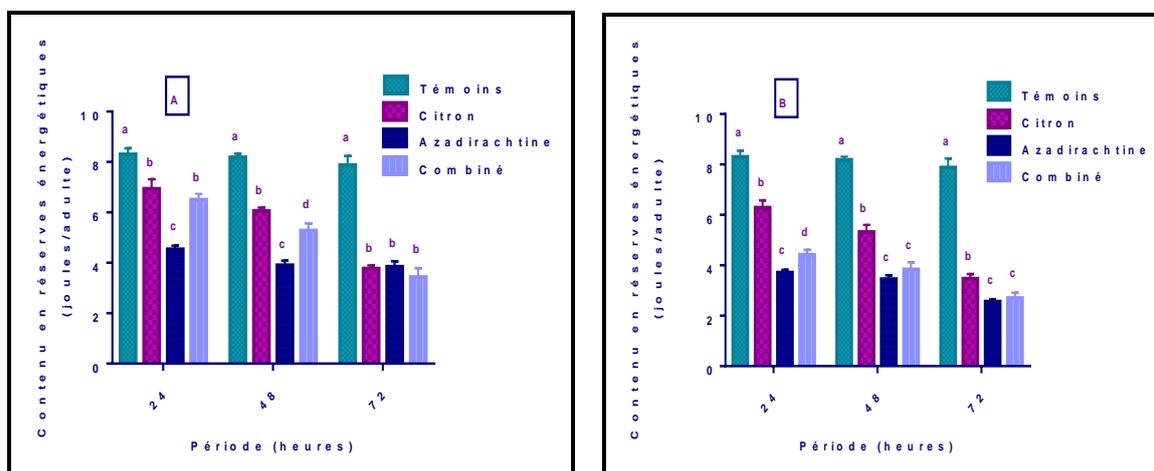


Figure 27. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par ingestion sur les réserves énergétiques (joules/individu) ($m \pm SEM$, $n=3$ répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.8. Effet des traitements sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques

L'indice d'épuisement des réserves énergétiques calculé chez les adultes de *S. granarius*, témoins et traités au citron, à l'azadirachtine et à la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion est représenté dans les Tableaux 28, 29 et 30.

3.8.1. Effet de l'azadirachtine

La comparaison des séries traitées à l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion indique une augmentation significative du taux d'épuisement des réserves énergétiques en fonction des concentrations appliquées à 24 ($F_{3,8}=27,08$; $p=0,0002$), 48 ($F_{3,8}=56,13$; $p<0,0001$) et 72 h ($F_{3,8}=22,93$; $p=0,0003$). De plus, on remarque une différence entre la fumigation et l'ingestion à 48 h.

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, révèle deux groupes à 24 et 72 h, le premier groupe constitué des traités à la CL₂₅ par fumigation et par ingestion et un deuxième groupe formé des traités avec la CL₅₀ par les deux modes d'application. A 48 h, quatre groupes sont constatés, chacun étant constitué d'une série.

Tableau 28. Effet de l'azadirachtine (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Fumigation		Ingestion		P
	CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	29,26 ± 2,07a	40,31 ± 0,93b	29,35 ± 1,82a	38,21 ± 0,19b	0,0002
48	30,98 ± 0,58a	46,93 ± 0,59b	35,48 ± 1,91c	40,66 ± 1,02d	<0,0001
72	42,21 ± 2,21a	53,36 ± 3,32b	34,62 ± 2,11a	51,09 ± 1,18b	0,0003

3.8.2. Effet de *Citrus limonum*

La comparaison des séries traitées au citron (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion indique une augmentation significative du taux d'épuisement des réserves énergétiques en fonction des concentrations appliquées seulement à 48 h ($F_{3,8}=11,28$; $p=0,003$). Aucune différence n'a été signalée à 24 et 72 h ($p>0,05$).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, révèle un seul groupe à 24 et 72 h, renfermant toutes les séries. A 48 h, deux groupes sont constatés, un groupe composé des traités à la CL₂₅ par fumigation et des traités avec les deux concentrations par ingestion et un second groupe constitué des traités avec la concentration la plus élevée (CL₅₀) par fumigation.

D'après les résultats obtenus, on remarque que le mode d'application n'a aucun effet sur cet indice.

Tableau 29. Effet de l'HE de *C. limonum* (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Fumigation		Ingestion		P
	CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	10,44 ± 0,95a	13,71 ± 5,39a	9,03 ± 1,09a	13,80 ± 2,51a	0,4411
48	23,25 ± 7,34a	43,47 ± 5,19b	14,96 ± 1,27a	21,23 ± 1,72a	0,0030
72	41,99 ± 4,28a	44,31 ± 3,12a	35,23 ± 0,39a	38,78 ± 1,15a	0,0695

3.8.3. Effet combiné

La comparaison des séries traitées au citron (CL₂₅ et CL₅₀) par fumigation et par ingestion indique une augmentation du taux d'épuisement des réserves énergétiques en fonction des concentrations appliquées à tous les temps testés : 24 ($F_{3,8}=12,01$; $p=0,0025$), 48 ($F_{3,8}=14,90$; $p=0,0012$) et 72 h ($F_{3,8}=6,39$; $p=0,0162$).

Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey, révèle trois groupes à 24 et 48 h, un groupe formé des traités avec les deux concentrations par fumigation, un second groupe constitué des traités à la CL₂₅ par ingestion et un dernier groupe composé des traités à la concentration la plus élevée (CL₅₀). A 72 h, deux groupes sont constatés, un groupe composé des traités à la CL₂₅ et la CL₅₀ par fumigation et des traités à la CL₂₅ par ingestion et un second groupe constitué des traités avec la concentration la plus élevée (CL₅₀) par ingestion.

D'après les résultats obtenus, on remarque que l'ingestion est le mode d'application qui a plus d'effet sur cet indice.

Tableau 30. Effet de la combinaison (CL₂₅ et CL₅₀) appliquée par fumigation et par ingestion sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques chez les adultes de *S. granarius* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

Période (heures)	Fumigation		Ingestion		P
	CL ₂₅	CL ₅₀	CL ₂₅	CL ₅₀	
24	17,77 ± 0,33a	26,61 ± 4,78a	12,19 ± 2,03b	30,51 ± 2,46c	0,0025
48	26,69 ± 2,17a	32,77 ± 0,56a	21,63 ± 2,22b	36,21 ± 2,55c	0,0012
72	37,96 ± 2,13a	44,77 ± 2,46a	39,26 ± 2,45a	48,83 ± 2,69b	0,0162

3.8.4. Efficacité comparée des traitements par fumigation

La comparaison des valeurs moyennes du taux d'épuisement des réserves énergétiques par ANOVA, révèle une différence significative entre les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₂₅, seulement à 24 ($F_{2,6} = 85,93$; $p<0,0001$). Aucun effet, n'a été signalé à 48 et 72 h ($p>0,05$).

Chez les traités à la CL₂₅ et d'après le test HSD de Tukey, ces taux d'épuisement marquent trois groupes de moyennes à 24 h, chacun étant formé d'une série. A 48 et 72 h, on a remarqué un seul groupe qui renferme toutes les séries traitées (Fig. 28A).

En comparant les valeurs moyennes du taux d'épuisement des réserves énergétiques par ANOVA, on note des différences significatives entre les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₅₀, et cela à 24 (F_{2,6} = 15,41 ; p=0,0043), et 48 h (F_{2,6}= 10,13 ; p=0,0119). Aucun effet n'a été signalé à 72 h ((p>0,05).

Le classement des moyennes de cet indice chez les traités à la CL₅₀, révèle deux groupes à 24h, un premier groupe constitué des traités au citron et à la combinaison et un dernier groupe englobe les traités à l'azadirachtine. À 48 h, deux groupes sont constatés également, un premier groupe formé des traités au citron et à l'azadirachtine et un second groupe composé des traités à la combinaison. Un seul groupe formé des trois traitements a été observé à 72 h (Fig. 28B).

D'après les résultats obtenus, on remarque que l'HE du citron et l'azadirachtine (seule et combinée) ont le même effet sur cet indice.

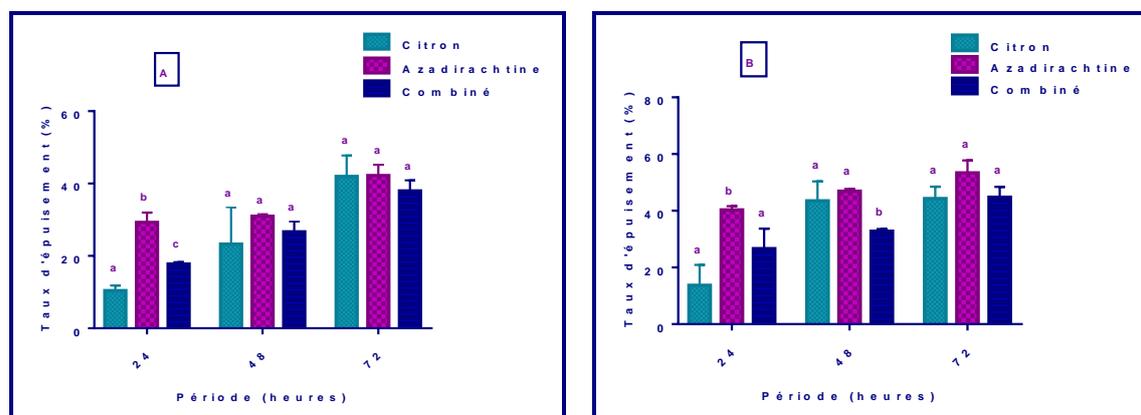


Figure 28. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par fumigation sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques (%) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.8.5. Efficacité comparée des traitements par ingestion

La comparaison des valeurs moyennes du taux d'épuisement des réserves énergétiques par ANOVA, révèle une différence significative entre les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₂₅ à 24 (F_{2,6} = 67,17 ; p<0,0001), et 48 h (F_{2,6} = 47,68 ; p=0,0002). Aucun effet, n'a été signalé à 72 h (p>0,05).

Chez les traités à la CL₂₅ et d'après le test HSD de Tukey, ces taux d'épuisement marquent deux groupes de moyennes à 24 h, un groupe constitué des traités au citron et le traitement combiné et un dernier groupe formé des traités à l'azadirachtine. A 48 h, on a remarqué trois groupes, chacun étant formé d'une série. A 72 h par contre, un seul groupe est constaté, renfermant toutes les séries traitées (Fig. 29A).

En comparant les valeurs moyennes du taux d'épuisement des réserves énergétiques par ANOVA, on note des différences significatives entre les témoins et les traités à l'azadirachtine, au citron et à la combinaison avec la CL₅₀, et cela à 24 (F_{2,6} = 58,66 ; p=0,0001), 48 (F_{2,6} = 41,07 ; p=0,0003) et 72 h (F_{2,6} = 15,46 ; p=0,0043).

Le classement des moyennes des traités à la CL₅₀, révèle trois groupes à 24 h, chacun étant constitué d'une série. À 48 h deux groupes sont constatés, un premier groupe formé des traités au citron et un second groupe composé des traités à l'azadirachtine et à la combinaison. Deux groupes sont observés également à 72 h, un groupe renfermant les traités au citron et à l'azadirachtine et un second groupe constitué des traités à la combinaison (Fig. 29B).

A partir de ces résultats, on constate que l'azadirachtine est le traitement qui a plus d'effet sur cet indice comparativement au citron et au traitement combiné (azadirachtine > combinaison > *C. limonum*).

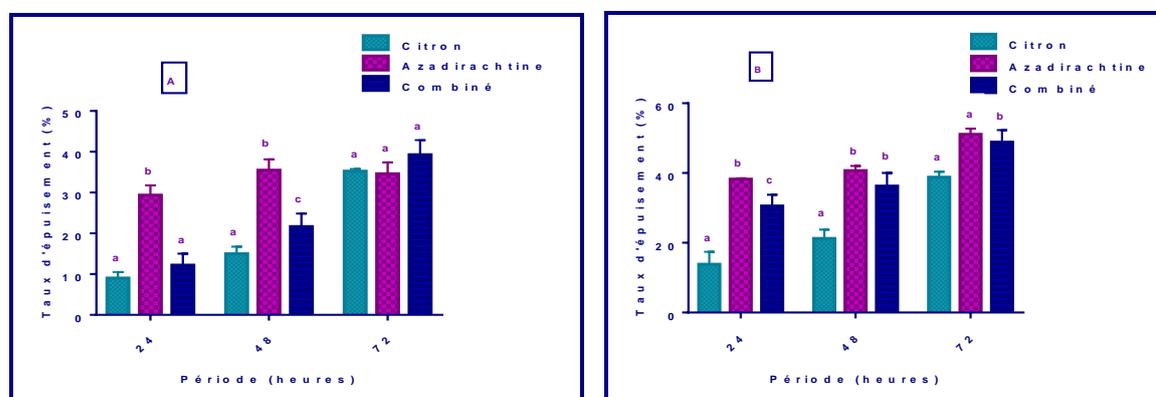


Figure 29. Effets des traitements appliqués à la CL₂₅ (A) et la CL₅₀ (B) par ingestion sur le taux d'épuisement des réserves énergétiques (%) (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 individus) : test HSD de Tukey.

3.9. Persistance de l'activité résiduelle des traitements

Les résultats de l'activité résiduelle du citron, de l'azadirachtine et de la combinaison sont présentés dans la figure 30A, B, C. Ils révèlent une diminution de la sensibilité des adultes de *S. granarius* aux traitements appliqués, cette diminution est traduite par une réduction de la toxicité enregistrée au cours de la période testée (30 h).

Concernant l'HE de *C. limonum*, les mortalités enregistrées diminuent de 38% après 6 heures de traitement à 14% après 24 h de traitements. Au-delà de cette période (30 h), le traitement perd son efficacité puisqu'aucune mortalité n'a été signalée (0%).

Par ailleurs, l'application de l'azadirachtine induit une toxicité des adultes de *S. granarius*, affichant un taux de mortalité de 32% à 6 h après traitement jusqu'à 6% après 24 h de traitement. Une mortalité nulle a été enregistrée également à 30 h après traitement.

La combinaison de l'azadirachtine et du citron provoque une mortalité élevée (60%) après 6 h de traitement puis diminue par la suite jusqu'à ce qu'elle atteigne 16% à 24 h après traitement. A 30 h, aucune mortalité n'a été signalée.

La sensibilité des adultes de *S. granarius* diminue avec le temps et varie en fonction du traitement appliqué. La combinaison du citron et de l'azadirachtine est le traitement qui persiste le plus, comparativement au citron seul et à l'azadirachtine seule. De plus, on note une décroissance progressive de l'activité insecticide des trois traitements, traduisant une perte régulière de leur activité biologique au fil du temps.

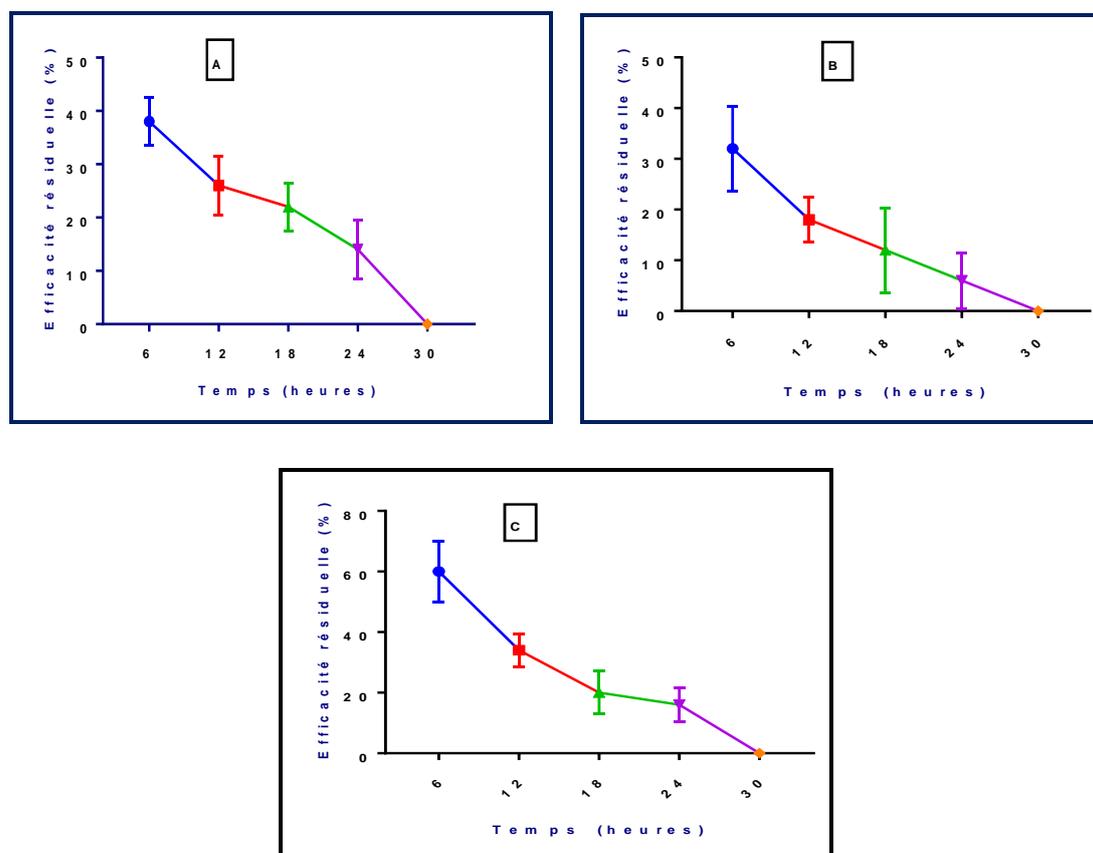


Figure 30. Efficacité résiduelle de *C. limonum* (A), de l'azadirachtine (B) et de la combinaison (C) à différentes périodes après traitement.

3.10. Rapport synergique des traitements

Les valeurs du rapport synergique calculées chez les adultes de *S. granarius* traités par l'azadirachtine et l'HE de *C. limonum* sont présentées dans le Tableau 31. Les résultats sont tous supérieurs à 1 avec un rapport maximal de 10,92 à 24 h puis diminuent par la suite à 48 (2,42) et 72 h (2,80). Ces données ont montré que la combinaison de *C. limonum* avec l'azadirachtine a un effet synergique sur la mortalité des adultes de *S. granarius*.

Tableau 31. Estimation du rapport synergique (RS) entre *C. limonum* et azadirachtine chez les adultes de *S. granarius*.

Temps (heures)	LC ₅₀ (µl/l air)		Hill Slope ± SD	RS
	Citron	Combinaison		
24	1630	149,3	0,76 ± 0,17	10,92
48	160,6	66,46	0,82 ± 0,17	2,42
72	105,8	37,81	0,85 ± 0,16	2,80

DISCUSSION

IV. DISCUSSION

4.1. Rendement de l'huile essentielle

Le rendement en huile essentielle obtenu par hydrodistillation des feuilles de *C. limonum* a enregistré une valeur de 0,94% au cours de notre étude. D'après les résultats cités dans la littérature, les agrumes renferment peu d'HE. Ces résultats sont comparables à ceux signalés dans certaines régions de l'Algérie, où on note un rendement de 1,0% dans la région de Annaba (Boughendjioua & Djeddi, 2014), 1,02% dans la région de Chlef (Hamdani *et al.*, 2015), 0,70% dans la région de Tizi-Ouzou (Djenane, 2015), 0,50% dans la région de Blida (Mekademi, 2019), 0,89% dans la région de Jijel (Kehal, 2013) et 2,18% dans la région de Constantine (Himed, 2011). D'après Ouibrahim (2014), les rendements maximaux sont obtenus dans les régions à climat sec. 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), 1,12% au Pakistan (Ahmad *et al.*, 2006), 0,2% en Egypte (Abdelgaleil *et al.*, 2015), 0,7% en France (Jeannot *et al.*, 2005), 0,9% en Argentine (Fuselli *et al.*, 2008) et 0,41% en Iran (Hojjati & Barzegar, 2017). De plus, ces variations du rendement sont signalées en fonction de l'espèce de Citrus (Rega *et al.*, 2003), car on note un rendement de 0,58% chez *C. sinensis*, 0,60% chez *C. aurantium* et 0,70% chez *C. limonum* (Djenane, 2015).

Plusieurs facteurs peuvent avoir un impact direct sur le rendement en HE (Tableau 32) tels que la période et la saison de récolte, le climat, la zone géographique, et la durée de séchage (Vekari *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). De plus, la partie de la plante extraite (Organe végétal) peut affecter ce rendement, 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 mode d'extraction a également un impact sur le rendement de ces HEs. Himed (2011) a constaté qu'en utilisant la même variété de Citron, le rendement obtenu par hydrodistillation est nettement supérieur à celui obtenu par expression à froid. D'après Ibrahim *et al.* (2017), l'hydrodistillation est la technique la plus utilisée pour l'extraction de l'huile de *Citrus*.

Par ailleurs, plusieurs études ont montré que le rendement des HEs est faible au niveau des parties végétales fraîches. Ceci pourrait être expliqué par la grande proportion d'eau présente. Néanmoins, ce rendement est optimisé pour les parties végétales qui ont été préalablement séchées pendant 7 jours. Au-delà de cette période, ils ont obtenu un rendement

significativement inférieur. Ce déclin est probablement lié à l'évaporation des composés volatils lors d'un séchage prolongé (Bendimerad *et al.*, 2005).

Tableau 32. Les différents facteurs influençant le rendement de l'HE de *Citrus*.

Facteurs	Rendement (%)	Références	
Espèces	<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	
	<i>C. medica</i>	0,30	Akono <i>et al.</i> (2016)
	<i>C. grandis</i>	0,07	
	<i>C. aurantium</i>	0,32	Zarrad <i>et al.</i> (2013)
Organes		0,70	Hellal (2011)
	Ecorce	1,02	Hamdani <i>et al.</i> (2015)
		0,41	Czerniewicz <i>et al.</i> (2018)
	Fruit	0,62	Ben Miri <i>et al.</i> (2018)
	Fleurs	3,00	Ben Hsouna <i>et al.</i> (2017)
	Feuilles	0,49	Kirbaslar & Kirbaslar (2004)
Techniques d'extraction		0,70	Bousbia (2011)
	Micro-ondes	0,24	Ferhat (2007)
		0,80	Bousbia (2011)
	Hydrodistillation	0,21	Ferhat (2007)
		0,10	Bousbia (2011)
	Expression à froid	0,054	Ferhat (2007)

4.2. Composition chimique de l'huile essentielle

Les HEs de *Citrus* contiennent plus de composés volatils que de composés non volatils (Djenane, 2015; Abdelgaleil *et al.*, 2016; Sajid *et al.*, 2016). L'huile de citron contient entre 85 à 99% de composés volatils et de 1 à 15% de composés non volatils (Fisher *et al.*, 2007; Sajid *et al.*, 2016). Ces composés volatils représentent un mélange de monoterpènes, de sesquiterpéniques et de leurs dérivés hydrocarbonés et oxygénés, notamment les aldéhydes

(Citral), les cétones, les acides, les alcools (Linalool) et les esters (Zarrad *et al.*, 2013; Abou-Taleb *et al.*, 2016; Ghoorchibeigi *et al.*, 2017).

L'analyse chromatographique de l'HE extraite de *C. limonum* montre que cette espèce présente un taux élevé de (Z)-Citral (30,74%), le second pic correspond au dl-Limonène avec 19,81 %, et le troisième pic représenté par le Géranyl propionate (16,28%).

Selon Bakkali *et al.* (2008), la composition chimique des HEs de Citrus diffère d'une espèce à une autre au sein d'un même genre (Tableau 33), 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%). Par contre, l'HE de *C. aurantium* est dominée par la présence de deux composés : l'acétate de linalyl (37,30%) et le linalool (23,4%), qui représentent eux seuls 60,65% du total identifié. Par ailleurs, les analyses chromatographiques effectuées par Saeidi *et al.* (2014) ont révélé la présence de 16 composés pour les huiles de *C. reticulata* et *C. aurantium* dont le Limonène, le Linalool et le α -Pinène sont les principaux constituants et 17 composés pour l'huile de *C. limonum*, y compris le Limonène (73,25%), α -Pinène (8,44%), α -Terpinène (6,21%) et le Géraniol (2,53%). Abou-Taleb *et al.* (2016) ont analysé la composition des HEs extraites de *Citrus aurantifolia*, *Citrus limonum*, *Citrus paradise* et *Citrus sinensis* en Egypte, où ils ont révélé la prédominance du Limonène (40,19% ; 56,30% ; 74,29% et 89,23% respectivement). Les résultats de Gancel *et al.* (2005) ont montré que le Nérol et le Géraniol se trouvent uniquement dans l'HE de *C. limonum*, et sont absents dans les huiles de *C. sinensis* et *C. aurantium*.

Au sein d'une même espèce, la composition chimique de l'HE peut être différente, on parle alors de races chimiques ou de chémotypes. Il s'agit d'un polymorphisme chimique dont une espèce peut être homogène au niveau de son caryotype et produire des HEs de compositions différentes. La teneur élevée en un composé de l'HE définit le chémotype de l'espèce de plante (Lukas *et al.*, 2015). Plusieurs travaux ont mis en évidence de multiples chémotypes pour l'huile de citrus tels que : le Limonène, le Linalool, le Citral et le Citronelle (Wolford *et al.*, 1971; Shaw, 1979; Boelens, 1991; Smith *et al.*, 2001). D'après les résultats obtenus dans notre étude, l'huile de *Citrus limonum* est de type Citral avec un taux de 30,47%.

Par contre, plusieurs travaux ont montré que l'huile de cette même plante est de chémotype Limonène (Vekiari *et al.*, 2002; Moufida & Marzouk, 2003; Belletti *et al.*, 2004; Salim-ur-Rehman *et al.*, 2007; Boughendjioua & Djeddi, 2014; Ghoorchibeigi *et al.*, 2017) avec des taux allant de 45 à 76% des constituants détectés. Les mêmes observations ont été signalées

par Djenane (2015) qui a montré que le Limonène (51,39%) est le chémotype de *C. limonum* collecté dans la région de Tizi-Ouzou, et que la β -Pinène (17,04%), et γ -Terpinène (13,46%) sont les constituants majoritaires.

Les variations qualitatives et quantitatives de la composition chimique des HEs sont probablement dues à des facteurs génétiques, mais également à des facteurs géographiques, bioclimatiques ainsi qu'aux conditions de récolte et de stockage de la plante (Hussain *et al.*, 2008; Anwar *et al.*, 2009). Selon Senatore *et al.* (2000), ces variations dépendent de l'un ou de plusieurs facteurs tels que le patrimoine génétique, l'âge, l'origine de la plante et la présence de chémotypes. Les variations climatiques et édaphiques, le cycle végétatif, la variation saisonnière et la méthode d'extraction peuvent également affecter le profil chimique des huiles (Kouache *et al.*, 2017) (Tableau 33).

Tableau 33. Constituants majoritaires de l'HE de *C. limonum* collecté dans différents pays.

Facteurs	Constituants majoritaires	Références	
Espèce	<i>C. reticulata</i>	γ -Terpinène (26,62%), Limonène (22,52%), β -Pinène (4,53%)	Hamdani <i>et al.</i> (2015)
	<i>C. aurantium</i>	Linalol (63,03%), Limonène (7,18%), β -Pinène (5,25%)	
	<i>C. sinensis</i>	β -pinène (30%), Limonène (9,37%), β -Elmène (8,97%)	
	<i>C. maxima</i>	β -Caryophyllène (16,89%), Spathulenol (9,32%), Citronellol (28,26%)	Prasad <i>et al.</i> (2016)
	<i>C. aurantifolia</i>	Z- β -Ocimène (10,35%), α -Pinène (7,54%), E- β -Ocimène (7,07%)	Oussou <i>et al.</i> (2017)
	<i>C. paradisi</i>	Limonène (88,6%), β -Pinène (1,2%), α -Terpinène (1%)	Uysal <i>et al.</i> (2011)
	<i>C. medica</i>	Z- β -Ocimène (33,03%), Neryl formate (20,52%), Géraniol (13,36%)	Akono <i>et al.</i> (2016)
	<i>C. grandis</i>	Iso-géranial (10,04%), Octen-3-ol (7,71%), Limonène (3%)	
Organe		Limonène (51,39%), β -Pinène (17,04%), γ -Terpinène (13,46%)	Hellal (2011)
	Ecorce	Limonène (36,10%), β -Pinène (14,88%), 2,6-Octadien-1-ol, 3,7 diméthyl (10,49%)	Hamdani <i>et al.</i> (2015)
		Limonène (61,4%), β -Pinène (13,1%), γ -Terpinène (11,3%)	Ghoorchibeigie <i>et al.</i> (2017)
		Limonène (70,46%), β -Pinène (6,94%), Menthadien-1-ol (4,97%)	Zarrad <i>et al.</i> (2013)
	Fleurs	Limonène (39,74%), β -Pinène (25,44), α -Terpineol (7,30%)	Ben Hsouna <i>et al.</i> (2017)
	Feuilles	Limonène (61,647%), β -Pinène (13,852%), γ -Terpinène (9,959%)	Boughendjioua & Djeddi (2014)
		Limonène (28,4-34,8%), β -Pinène (12-16%), Géraniol (9,9-14,1%).	Kirbaslar & Kirbaslar (2004)
	Micro-ondes	Limonène (69,65%), β -Pinène (10,20%), γ -Terpinène (8,25)	Ferhat (2007)
Limonène (69,65%), γ -Terpinène (6,88%), and β -Pinène (6,61)			

Technique d'extraction	Hydrodistillation	Limonène (65,25%), β -Pinène (15,35%), γ -Terpinène (8,88)	Bousbia (2011)
		Limonène (72,9%), β -Pinène (8,58%), γ -Terpinène (7,77%)	Ferhat (2007)
	Expression à froid	Limonène (68,81%), β -Pinène (14%), γ -Terpinène (7,04%)	Bousbia (2011)
		Limonène (75,68%), β -Pinène (8,70%), γ -Terpinène (7,19%)	Ferhat (2007)
Origine géographique	Algérie	Limonène (51,40%), β -Pinène (17,04%), γ -Terpinène (13,46%)	Djenane (2015)
	Italie	Limonène (54,6%), γ -Terpinène (19,1%), β -Pinène (14,5%)	Bertuzzi <i>et al.</i> (2013)
	Egypte	Limonène (56,30%), β -Pinène (8,81%), γ -Terpinène (6,42%)	Abdelgaleil <i>et al.</i> (2015)
	Iran	Limonène (73,25%), α -Pinène (8,44%), α -Terpinène (6,21%).	Saeidi <i>et al.</i> (2014)

4.3. Toxicité des traitements

Les HEs sont des métabolites secondaires produits par les plantes comme moyen de défense contre les ravageurs phytophages (Cseke *et al.*, 1999). Ces dernières peuvent affecter la croissance, le développement et le comportement des insectes et peuvent agir comme anti-appétant (Hough-Goldstein, 1990; Hummelbrunner & Isman, 2001), fumigants, répulsifs (Mason, 1990; Watanabe *et al.*, 1993), ou régulateurs de croissance (Abedi *et al.*, 2014a,b; Lai *et al.*, 2014; Ahmad *et al.*, 2015; Bezzar-Bendjazia *et al.*, 2016). 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), en raison de leur faible toxicité à l'égard des mammifères, leur disponibilité et leur biodégradabilité (Rajendran & Sriranjini, 2008).

Le taux de pénétration à travers la cuticule, le transport dans les tissus de l'organisme, le métabolisme (Besard *et al.*, 2011) mais aussi 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).

Notre étude a pour but de tester par fumigation et par ingestion la toxicité de l'huile extraite de *C. limonum* et de l'azadirachtine (seule et combinée) à l'égard des adultes de *S. granarius*. Les résultats ont montré une activité insecticide de ces traitements avec une relation dose-réponse et une efficacité de la combinaison et l'application par ingestion.

De nombreux chercheurs se sont intéressés à l'évaluation des effets insecticides de certaines espèces de plantes médicinales chargées de produits volatils pour la protection des stocks de grains au cours de la dernière décennie (Erland *et al.*, 2015; Abou-Taleb *et al.*, 2016). Leurs études ont démontré l'activité fumigante des HEs contre plusieurs espèces de ravageurs des denrées stockées, tels que *Sitophilus oryzae*, *Sitophilus zeamais* (Liu & Ho 1999; Liu *et al.*, 2011), *Rhyzopertha dominica* (Tripathi *et al.*, 2003), *Tribolium castaneum* (Prates *et al.*, 1998; Tripathi *et al.*, 2001 ; Olivero-Verbel *et al.*, 2010), *Callosobruchus chinensis* (Kim *et al.*, 2003; Shukla *et al.*, 2011), *Callosobruchus maculatus* (Denloye *et al.*, 2010), *Lasioderma serricorne* (Ebadollahi *et al.*, 2010) et *Sitophilus granarius* (Polatoğlu *et al.*, 2015; El Makarem *et al.*, 2017). La sensibilité élevée des adultes aux biopesticides appliqués par contact ou par fumigation par rapport aux stades pré-imaginaux, a été également signalée (Koul *et al.*, 2008).

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). La composition chimique de cette huile analysée au cours de notre étude, a montré une prédominance de la Z-Citral et le limonène. Ce composé (Limonène) est le principal agent actif de l'huile de Citrus responsable de l'activité insecticide (Karr & Coats, 1988; Tripathi *et al.*, 2003). Il présente plusieurs avantages tels que sa faible toxicité envers les Mammifères, sa biodégradabilité élevée (Aidi Wannes, 2011), et surtout sa forte toxicité vis-à-vis les ravageurs des denrées stockées. Lee *et al.* (2001) ont montré la toxicité du limonène contre une espèce de coléoptère, *Sitophilus oryzae*.

Le potentiel insecticide est trop affecté par l'insecte cible concerné et par l'espèce d'agrumes utilisée (Lota *et al.*, 2002) en raison des variations de la teneur en d-limonène. Cette toxicité varie d'une espèce à une autre dans le même genre. Les travaux d'Adusei-Mensah *et al.* (2014) ont montré que le *C. aurantifolia* est l'espèce d'agrumes qui présente une activité insecticide la plus élevée avec une CL₅₀ de 4,54% (w/v), suivie de *C. Limon* (6,95%) et *C. sinensis* (17,02%). *C. aurantifolia* contient la concentration la plus élevée de limonène qui pourrait être une raison de son activité toxique (Bourgou *et al.*, 2012). *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'extrait du zeste de citron et de lime a 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) ont testé l'efficacité insecticide de vingt plantes appartenant à 8 familles différentes, à savoir, *Citrus limonum* à l'égard de *Tribolium castaneum* et *Sitophilus oryzae*. Ils ont trouvé que l'huile d'*O. vulgare* présentait la toxicité la plus élevée contre *S. oryzae* avec une CL₅₀ de 1,64 mg/l d'air, suivie de l'huile de *C. limonum* (CL₅₀ = 9,89 mg/l d'air), de *C. viminalis* (CL₅₀ = 16,17 mg/l d'air), de *C. sempervirens* (CL₅₀ = 17,16 mg/l d'air) et de *C. sinensis* (CL₅₀ = 19,65 mg/l d'air) qui ont montré une toxicité remarquable par fumigation. Dans une autre étude, les HEs de 4 espèces du genre citrus, *Citrus limonum*, *Citrus aurantifolia*, *Citrus paradisi* et *Citrus sinensis* ont montré une forte activité insecticide contre les adultes de *Sitophilus oryzae* (Abdelgaleil *et al.*, 2016). Des résultats similaires ont été observés suite au traitement de *Tribolium confusum* par cinq HEs de *Citrus* : *Citrus sinensis*, *Citrus aurantium*, *Citrus reticulata*, *Citrus limonum* et *Citrus bergamia* (Campolo, 2014). L'application de l'HE extraite de *C. sinensis* par fumigation, provoque une mortalité des adultes de *T. castaneum*, *S. granarius*, et *C. maculatus* et les résultats révèlent l'efficacité de cette plante avec des valeurs de 391,28, 367,75 et 232,48 µl/l d'air respectivement correspondant à la CL₅₀ (Mahmoudvand *et al.*, 2011). Les résultats de 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 HEs des Rutacées ont montré des effets insecticides par inhalation, par contact et répulsifs sur certaines espèces de Coléoptères ravageurs des denrées stockées tels que *S. zeamais* et *T. castaneum* (Haubruge *et al.*, 1989). Les travaux de Rossi *et al.* (2012) ont montré que l'application de l'HE de *C. bergamia* par fumigation induit une mortalité des adultes de *S. zeamais* après 96 heures d'exposition à une dose de 10µl/cm². Ils ont observé également que cette huile appliquée par contact avec la dose de 0,75µl/insecte, est à l'origine d'une mortalité relativement élevée de 65% et de 83% après 24 heures et 96 heures d'exposition.

Parmi les plantes qui ont fait l'objet d'un nombre important d'études est le neem (*Azadirachta indica* A. Juss). C'est l'une des principales sources d'insecticides botaniques de nos jours. Le neem joue un rôle de régulateur de croissance et de modificateur de comportement chez certaines espèces d'insectes nuisibles et plus particulièrement les ravageurs des denrées stockées (Schmutterer, 1990; Casida & Quistad, 1995; Isman, 1995; 1997a; 1997b; 1999; 2006; Roger *et al.*, 1995; Isman *et al.*, 1996; Schmutterer *et al.*, 2002). Plusieurs travaux ont

contribué à la compréhension des activités insecticide, répulsive, anti-appétante de certaines substances végétales vis-à-vis des insectes (Caswell, 1968; Foua-Bi, 1992). Ils ont permis également aux chercheurs, d'orienter les travaux sur la recherche des métabolites responsables de ces actions insecticides afin de les identifier, les isoler et les doser pour enfin, s'intéresser à leur formulation. C'est ainsi qu'il a été démontré que l'extrait du neem constitue un mélange de plus de 100 composés qui sont responsables de la mortalité des insectes testés (Mordue & Blackwell, 1993; Zongo *et al.*, 1993; Addea-Mensah, 1998). Gauvin *et al.* (2003) et Mordue *et al.* (2005) ont montré aussi que l'azadirachtine était la principale composante à propriétés insecticides des extraits de neem. L'azadirachtine a deux effets profonds sur les insectes au niveau physiologique, elle bloque la synthèse et la libération de l'hormone de mue (ecdystéroïdes) de la glande prothoracique, conduisant à une mue incomplète chez les insectes immatures. De plus, l'azadirachtine est un puissant anti-appétant pour de nombreux insectes (Isman, 2006).

La toxicité de l'azadirachtine (Neem Azal) a été rapportée chez plus de 400 insectes comme *Helicoverpa armigera*, *Spodoptera litura*, *Plutella xylostella*, *Sitophilus oryzae*, *Sitophilus zeamidis*, *Earias vitella*, *Aphis gossypii*, *Bemisia tabaci* et *Pectiniphora gossypiella*. La toxicité de ce régulateur de croissance est liée à sa forte rétention et sa stabilité en tant que composé actif sur les organismes (Schneider *et al.*, 2004). Des résultats similaires ont été constatés après application de cette molécule sur *Drosophila melanogaster* (Anjum *et al.*, 2010; Boulahbel *et al.*, 2015) et sur *Ceraeochrysa claveri* (Scudeler & dos Santos, 2013). Tine *et al.* (2017) ont montré que ce composé présentait une toxicité par fumigation à l'égard des adultes de *Rhyzopertha dominica*, avec des concentrations létales de l'ordre de 7,41 et 21,33 µl/litre d'air, correspondant à la CL₂₅ et la CL₅₀. Diverses études ont confirmé les effets létaux de l'azadirachtine sur différentes espèces d'insectes (Mordue & Blackwell, 1993; Tomé *et al.*, 2013; Dere *et al.*, 2015). La toxicité de l'azadirachtine est largement rapportée dans la bibliographie, elle varie en fonction de l'ordre de l'insecte, du stade de développement, du mode d'application (ingestion, topique, fumigation) mais aussi, de la concentration utilisée (Tomé *et al.*, 2013; Abedi *et al.*, 2014a,b; Koodalingam *et al.*, 2014). Les mêmes résultats ont été obtenus après application de la même molécule sur un Névroptère *Ceraeochrysa claveri* (Scudeler & Santos, 2013) et sur *D. melanogaster* (Anjum *et al.*, 2010; Boulahbel *et al.*, 2015). La toxicité de l'azadirachtine (Neem Azal) a été rapportée également chez d'autres espèces de Diptères, comme le moustique *Ae. aegypti*, où la CL₅₀ (4,77 ppm) révèle une forte sensibilité de cette espèce (Koodalingam *et al.*, 2014).

La littérature a cité également l'efficacité de cette molécule chez les Lépidoptères comme *Tuta absoluta* avec une CL₅₀ de 10,09 ppm (Tomé *et al.*, 2013) et *Galleria mellonella* avec une CL₅₀ de 16,56 ppm (Er *et al.*, 2017), chez les Hémiptères comme *Nilaparvata lugens* avec une CL₅₀ de 0,47 ppm (Senthil-Nathan *et al.*, 2008) et *Diaphorina citri* avec une CL₅₀ de 5,4 ppm (Santos *et al.*, 2015) ou encore chez les Hyménoptères comme *Habrobracon hebetor* avec une CL₅₀ de 43,5 ppm (Abedi *et al.*, 2014b). Par ailleurs, l'azadirachtine inhibe le taux de l'exuviation nymphale chez *P. interpunctella* (Lynn *et al.*, 2012) et réduit de manière significative l'émergence des adultes chez *Helicoverpa armigera* (Ahmad *et al.*, 2015). D'autres travaux indiquent que les concentrations d'inhibition de la mue adulte (CI₂₅ et CI₅₀), sont de l'ordre de 677 et 1170 ppm pour l'huile de Neem et de 595 et 1106 ppm pour le Neem Azal respectivement chez *D. melanogaster* (Boulahbel *et al.*, 2015). Il a une sélectivité remarquable, et ne présente aucune toxicité à l'égard des vertébrés même avec de très fortes concentrations (Mordue *et al.*, 2005). La toxicité de ce composé peut être due à son action neurotoxique ce qui a été signalée chez *D. melanogaster* et qui pourrait éventuellement interférer avec divers processus endocrinologiques et physiologiques de l'insecte (Qiao *et al.*, 2014) et son pouvoir anti-appétant (Aribi *et al.*, 2020).

L'HE de Citrus et l'azadirachtine présentent donc une option plus sûre avec des propriétés insecticides et insectifuges prometteuses (Kim *et al.*, 2003; Aribi *et al.*, 2020) (Tableau 34).

Tableau 34. Effet insecticide de certaines HEs à l'égard de différentes espèces de Coléoptères, ravageurs des denrées stockées.

Plantes	Famille	Espèce	CL (ppm)	Références
<i>Citrus sinensis</i>	Rutaceae	<i>S. granarius</i>	CL ₅₀ : 367,75 CL ₉₀ : 508,91	Mahmoudvand <i>et al.</i> (2011)
		<i>T. castaneum</i>	CL ₅₀ : 391,28 CL ₉₀ : 482,70	
		<i>C. maculatus</i>	CL ₅₀ : 223,48 CL ₉₀ : 332,80	
<i>Petroselinum sativum</i>	Apiaceae	<i>C. maculatus</i>	CL ₅₀ : 489,5	Massango <i>et al.</i> (2017)
<i>Eletaria cardamomum</i>	Zingiberaceae	<i>T. castaneum</i>	CL ₅₀ : 3,344	
		<i>C. maculatus</i>	CL ₅₀ : 0,179	
<i>Cinnamomum aromaticum</i>	Lauraceae	<i>T. castaneum</i>	CL ₅₀ : 0,109	Tarigan & Harahap (2016)
		<i>C. maculatus</i>	CL ₅₀ : 0,132	
<i>Myristica fragrans</i>	Cordycipitaceae	<i>T. castaneum</i>	CL ₅₀ : 3,584	
		<i>C. maculatus</i>	CL ₅₀ : 0,214	
<i>Azadirachta indica</i>	Meliaceae	<i>T. castaneum</i>	CL ₅₀ : 0,8	Gowri <i>et al.</i> (2018)
<i>Beauveria bassiana</i>	Cordycipitaceae		CL ₅₀ : 0,356	
<i>Millettia pinnata</i>	Fabaceae	<i>C. chinensis</i>	CL ₅₀ : 0,139	Tarikul <i>et al.</i> (2017)
<i>Swietenia Mahagoni</i>	Meliaceae		CL ₅₀ : 0,174	

<i>Citrus limonum</i>		<i>T. absoluta</i>	CL ₅₀ : 24,33 CL ₉₀ : 39,20	Zarrad <i>et al.</i> (2013)
		<i>S. littoralis</i>	CL ₅₀ : 68,10 CL ₉₀ : 101,52	
<i>Citrus aurantium</i>	Rutaceae	<i>T. absoluta</i>	CL ₅₀ : 14,68 CL ₉₀ : 30,18	
		<i>S. littoralis</i>	CL ₅₀ : 55,49 CL ₉₀ : 86,09	
<i>Citrus reticulata</i>			CL ₅₀ : 143,09	
<i>Citrus limon</i>	Rutaceae	<i>C. maculatus</i>	CL ₅₀ : 169,78	Saeidi <i>et al.</i> (2014)
<i>Citrus aurantium</i>			CL ₅₀ : 110,13	
<i>Thuja orientalis</i>	Cupressaceae	<i>S. granarius</i>	CL ₅₀ : 70,71 CL ₉₀ : 104,04	Hamza <i>et al.</i> (2016)
<i>Tugenia aromatic</i>	Myrtaceae		CL ₅₀ : 0,62	
<i>Pimpinella anisum</i>	Apiaceae		CL ₅₀ : 0,39	
<i>Matricaria recutita</i>	Asteraceae	<i>S. granarius</i>	CL ₅₀ : 0,74	El Makarem <i>et al.</i> (2017)
<i>Cuminum cyminum</i>	Apiaceae		CL ₅₀ : 0,84	
<i>Ocimum basilicum</i>	Lamiaceae		CL ₅₀ : 0,64	
<i>Lupinus albus</i>	Fabaceae		CL ₅₀ : 0,88	

4.4. Effet répulsif des traitements

Les composés phytochimiques représentent une large gamme de composés référentiels qui ont été utilisés depuis longtemps pour contrôler les dommages causés par les insectes et qui possèdent plusieurs activités : insecticide, répulsive, anti-appétante et régulatrice de la croissance (Mundi & Alhassan, 2012). Ils affectent les principales fonctions métaboliques, biochimiques, physiologiques et comportementales des insectes (Mann & Kaufman, 2012), et peuvent bloquer également les voies respiratoires, entraînant l'asphyxie et la mort des ravageurs (Kaufmann & Briegel, 2004; Rotimi *et al.*, 2011).

La répulsion est un mécanisme de défense exercé par les plantes contre les insectes (Jayakumar *et al.*, 2017b; Adjou *et al.*, 2019). Ce phénomène physiologique peut être utilisé pour lutter contre les dégâts causés par ces insectes ravageurs. Les plantes aromatiques et leurs HEs agissent par répulsion en émettant des substances volatiles (terpènes) qui constituent une barrière empêchant les insectes et les autres arthropodes de se mettre en contact avec la surface de l'hôte (Brown & Herbert, 1997). Les substances répulsives agissent localement ou à distance empêchant un insecte de voler, d'atterrir ou de piquer un animal ou l'Homme (Blackwell *et al.*, 2003; Nerio *et al.*, 2009; Sendi & Ebadollahi, 2013). 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). Les effets répulsifs des HEs volatiles en font un candidat attractant pour contrôler les ravageurs des grains stockés dans le système de stockage post-récolte

traditionnel (Mishra *et al.*, 2012). Les monoterpénoïdes ont été considérés comme agents potentiels de lutte antiparasitaire, car ils sont extrêmement toxiques pour les insectes des denrées stockées et possèdent des propriétés répulsives (Watanabe *et al.*, 1993), bien que les phénols aient peu d'importance comme répulsifs en raison de leur non volatilité (Debboun *et al.*, 2015).

Nos résultats montrent que le citron a un pouvoir répulsif plus important vis à vis des adultes de *S. granarius* par rapport à l'azadirachtine et la combinaison. 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) (Tableau 35). Dans ce contexte, Tine *et al.* (2017) ont montré que l'azadirachtine a un effet répulsif vis-à-vis des adultes de *R. dominica*. Des résultats similaires ont été obtenus chez *Tetranychus urticae* traité par l'azadirachtine (Marčić & Medjo, 2015) et chez *Bactrocera cucurbitae* traitée par l'extrait d'*A. indica* (Hossain & Khalequzzaman, 2018). Les résultats de Hanif *et al.* (2016) ont également montré une activité répulsive de l'azadirachtine vis-à-vis de *Tribolium castaneum* et de *R. dominica* avec des taux de 77,66% et 81,48% respectivement. Des études antérieures ont montré que l'azadirachtine est hautement toxique et répulsive contre les insectes, même à des concentrations faibles (Mordue *et al.*, 2005). Perera *et al.* (2016; 2018) ont rapporté que l'application des feuilles de *Ruta graveolens* et *Azadirachta indica* seule et combinée a induit une activité répulsive contre *Sitophilus zeamais*. Dans d'autres études, l'exposition du charançon du riz, *Sitophilus oryzae* au *Psidium guajava*, *Citrus reticulata*, *Citrus limon*, *Citrus sinensis* et *Azadirachta indica* a provoqué des effets répulsifs avec une relation dose-réponse (Akhtar *et al.*, 2013).

Les travaux de Hamdani (2012) réalisés sur 4 espèces de Rutacées à l'égard des adultes d'*Acanthoscelides obtectus*, ont montré que l'HE de bigaradier est la plus répulsive avec un pourcentage de répulsion de 70% contre 50% pour le citronnier, 42,5% pour le pamplemoussier et 17,5% pour l'oranger. Nerio *et al.* (2009) ont évalué l'effet répulsif de 7 HEs sur *S. zeamais* (Coleoptera, Curculionidae) ; ils ont montré que les HEs de *Lippia origanoides* (Verbenacées), *Eucalyptus citriodora* (Myrtacées) et *Tagetes lucida* (Astéracées) sont les plus répulsives à des doses variant entre 0,063 et 0,503 ml/cm² par rapport aux autres huiles. Par ailleurs, Odeyemi *et al.* (2008) ont signalé dans leurs travaux sur *S. zeamais*, un taux de répulsion de 100% après application de l'HE de *Mentha longifolia*. De plus, *Psidium guajava* a présenté un potentiel répulsif très important, probablement attribué à la présence de certains monoterpénoïdes aromatiques qui représentent les principaux constituants de la famille des Myrtacées (Isman, 2000).

Les travaux de Ben-Jemâa *et al.* (2012) ont révélé une activité répulsive de l'HE du Laurier à l'égard de *R. dominica* et *T. castaneum*, même à des doses faibles de 0,04µl/cm², avec l'efficacité du laurier marocain (87,5%) contre 62,5% et 57,5% pour le laurier tunisien et algérien respectivement. Plusieurs études ont également mis en évidence les propriétés répulsives de *Cupressus sempervirens* (98%) et d'*Eucalyptus saligna* (98%) contre *S. zeamais* et *T. confusum* (Tapondjou *et al.*, 2005), de *Mentha longifolia* (85%) contre les adultes de *C. chinensis* (Kumar *et al.*, 2009) et de *Juniperus polycarpus* et *Juniperus sabina* contre *T. confusum* (Khani *et al.*, 2017).

Papachristos & Stamopoulos (2002) ont montré que les HEs de 13 plantes aromatiques telles que *Thuja orientalis*, *C. sinensis*, *P. terebinthus*, *M. viridis*, *E. globulus*, *M. microphylla*, *R. officinalis* et *L. hybrida*, ont manifesté des effets répulsifs importants contre *Acanthoscelides obtectus*. Ces auteurs ont remarqué que les HEs les plus toxiques exhibent au même temps des effets répulsifs contre cet insecte. 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 & Kostyukovskiy, 2006; Kalita & Bhola, 2014; Nascimento *et al.*, 2017).

Les HEs de *Citrus sinensis* et *Picea abies* ont montré une activité répulsive notable contre *T. molitor* (Wang *et al.*, 2015). Cette action a été également affichée contre *T. molitor* par les feuilles d'*Origanum vulgare* et d'*Eucalyptus globulus*, ainsi que les huiles essentielles de *Juniperus communis*, *P. abies*, *Pterocarpus santalinus*, *C. sinensis* et *C. aurantiifolia*. Les travaux de Martynov *et al.* (2019) ont montré que les HEs de *Rosmarinus officinalis*, *Melaleuca alternifolia*, *Lavandula angustifolia* et *Cinnamomum verum* présentaient des propriétés répulsives à l'égard de *Tribolium confusum* tandis que les HEs de *Juniperus communis* et *Citrus sinensis* avaient un effet attractif sur les ravageurs. Cosimi *et al.* (2009) a testé l'efficacité répulsive des HEs extraites de *Laurus nobilis*, *Citrus bergamia* et *Lavandula hybrida* à l'égard des adultes de *S. zeamais*, *Cryptolestes ferrugineus* et les larves de *Tenebrio molitor*. Ils ont trouvé que *Citrus bergamia* est l'espèce qui a un potentiel répulsif le plus élevé contre *S. zeamais* après 24 h de traitement.

Mishra & Tripathi (2011) ont étudié la répulsion de différentes huiles contre *S. oryzae* et *T. castaneum*. À une concentration testée de 0,2% d'huiles essentielles de *S. aromaticum*, *A. marmelos*, *C. sativum* et *C. reticulate*, leur répulsion est de l'ordre de 90,0%, 85,0%, 83,3% et 78,3% pour *S. oryzae*, et 90,0%, 86,6%, 83,3% et 80,0% pour *T. castaneum* respectivement.

Les réponses comportementales des charançons adultes aux essais biologiques ont permis de déterminer les effets attractifs de l'huile d'*Humulus lupulus* d'une manière dose-réponse, indiquant leur efficacité à perturber l'orientation des insectes vers le substrat (Paventi *et al.*, 2020).

Une étude a prouvé que l'HE de *Cymbopogon flexuosus* à une concentration sublétales manifeste une activité répulsive contre *Blattella germanica* (Rahayu & Mairawita, 2018). Il a été suggéré que l'exposition à l'HE peut modifier le comportement des insectes et, par conséquent, affecter l'efficacité insecticide (Francikowski *et al.*, 2019). Dans le même contexte, Wang *et al.* (2014) ont montré une répulsion de 66,5, 80,3, 71,5 et 90,4% de *C. limonum*, *Litsea cubeba*, *Cinnamomum cassia* et *Allium sativum*, respectivement contre *Alphitobius diaperinus* (Coleoptera : Tenebrionidae). Des études antérieures ont prouvé l'activité répulsive des HEs contre les ravageurs des denrées stockées (Chen *et al.*, 2018; Francikowski *et al.*, 2019). Des observations similaires ont été faites après l'application de certains extraits de plantes qui ont révélé des effets répulsifs importants sur *Sitophilus oryzae* : tels que *Pimpinella anisum*, *Cinnamomum zeylanicum*, *Cymbopogon nardus*, *Eucalyptus globulus*, *Pelargonium graveolens*, *Lavandula officinalis*, *Rosmarinus officinalis* et *Vetiveria zizanioides* (Jayakumar *et al.*, 2017b).

Tableau 35. Activités répulsives de certaines plantes à l'égard de quelques espèces de ravageurs des denrées stockées.

Bioinsecticides	Espèces	PR (%)	Références
<i>Azadirachta indica</i>	<i>Sitophilus zeamais</i>	74,00	Perera <i>et al.</i> (2018)
	<i>Tribolium castaneum</i>	74,25	
<i>Melia azadarach</i>	<i>Rhyzopertha dominica</i>	74,23	Hanif <i>et al.</i> (2016)
	<i>Trogoderma granarium</i>	60,48	
<i>Datura stramonium</i>	<i>Tribolium castaneum</i>	70,80	
	<i>Rhyzopertha dominica</i>	72,51	
	<i>Trogoderma granarium</i>	76,63	
<i>Psidium guajava</i>		78,43	
<i>Citrus reticulata</i>		53,89	
<i>Citrus limonum</i>	<i>Sitophilus oryzae</i>	51,25	Akhtar <i>et al.</i> (2013)
<i>Citrus sinensis</i>		50,91	
<i>Azadirachta indica</i>		46,45	
<i>Azadirachta indica</i>	<i>Sitophilus zeamais</i>	47,00	Perera <i>et al.</i> (2016)
<i>Citrus limonum</i>	<i>Tenebrio molitor</i>	75,00	Wang <i>et al.</i> (2015)

<i>Citrus nobilis</i>		86,67	
	<i>Callosobruchus maculatus</i>		Harshani & Karunaratne (2019)
<i>Citrus medica</i>		65,00	
<i>Azadirachta indica</i>	<i>Tribolium casteanum</i>	44,00	Nova <i>et al.</i> (2020)
<i>Azadirachta indica</i>	<i>Sitophilus zeamais</i>	100	Mansoor <i>et al.</i> (2018)
<i>Citrus limonum</i>		60,00	
	<i>Callosobruchus maculatus</i>		Boodram & Khan (2019)
<i>Citrus aurantifolia</i>		32,00	
<i>Azadirachta indica</i>	<i>Rhyzopertha dominica</i>	87,51	Joshi <i>et al.</i> (2019)
	<i>Tribolium casteanum</i>	97,81	
<i>Azadirachtin</i>	<i>Rhyzopertha dominica</i>	95,00	Tine <i>et al.</i> (2017)

4.5. Effet du traitement sur les biomarqueurs

Les xénobiotiques naturels et synthétiques sont métabolisés par un système de détoxification qui est divisé en trois phases (Liska, 1998; Li *et al.*, 2007). La phase I se compose de cytochrome P450, des enzymes qui introduisent des groupes réactifs ou polaires dans les xénobiotiques (Le Goff *et al.*, 2003; Bernhardt, 2006). Ces enzymes offrent une protection initiale aux insectes contre les insecticides (Werck-Reichhart & Feyereisen, 2000; Le Goff *et al.*, 2003; Bernhardt, 2006; Daborn *et al.*, 2007). Le système de la phase II se compose de plusieurs enzymes, notamment les glutathion-S-transférases (GSTs) qui sont impliquées dans la conjugaison des composés modifiés en composés polaires (Liska, 1998; Nho & Jeffery, 2001). Les GSTs des insectes basés sur la localisation cellulaire, sont classées en deux groupes, cytosolique et microsomal. Le groupe cytosolique est en outre subdivisé en six classes dont Delta et Epsilon sont les sous-classes uniques présentes uniquement chez les insectes (Sheehan *et al.*, 2001; Ranson *et al.*, 2002; Ketterman *et al.*, 2011). Au cours de la phase III, les transporteurs ABC ou transporteurs à cassettes liant l'ATP (ATP Binding Cassette) appartiennent à l'une des plus grandes familles de protéines de transport qui déplacent les produits hydrophiles générés en phase II à travers la membrane plasmique en hydrolysant la molécule d'ATP comme source d'énergie (Dermauw & Van Leeuwen, 2014). Ces transporteurs ont la capacité d'éliminer directement les toxines hors des cellules sans aucune modification enzymatique (Sarkadi *et al.*, 2006; Döring & Petzinger, 2014).

Le système de défense antioxydant est présent chez toutes les cellules aérobiques, neutralisant les réactions chimiques intermédiaires produites par voie endogène et/ou le métabolisme des xénobiotiques (Winston & Di Giulio, 1991). L'activité du système antioxydant peut subir une augmentation ou une inhibition sous l'effet d'un produit toxique ou un polluant, ces deux

types de réponse dépendent de la durée d'exposition d'une part et de la sensibilité de l'espèce exposée d'autre part (Sifi, 2009). L'induction du système de défense antioxydant peut être considérée comme une adaptation de l'organisme à un environnement pollué (Droge, 2002).

Quatre types d'enzymes de détoxification réagissent contre les insecticides botaniques y compris les estérases générales (EST), la glutathion S-transférase (GST) et les phosphatases (Zibae, 2011).

4.5.1. Effet sur l'activité spécifique des GSTs

Les GSTs sont des enzymes multifonctionnelles impliquées dans l'étape de conjugaison du « glutathion réduit » à un grand nombre de xénobiotiques (Boyer, 2006). Elles sont surtout localisées dans le cytoplasme des cellules, du corps gras et des muscles alaires (Haubruge & Amichot, 1998). Ceci résulte en synthèse d'un acide mercapturique qui est ensuite facilement éliminable.

Les glutathion-S-transférases (EC : 2.5.1.18) ont un rôle important dans la détoxification des substances xénobiotiques exogènes ou endogènes (Sau *et al.*, 2010), en catalysant la conjugaison de ces substances avec le groupement thiol du glutathion endogène (Jakoby & Habig, 1980; Chelvanayagam *et al.*, 2001; Boyer, 2006; Walters *et al.*, 2009; Ebadollahi *et al.*, 2013). Le rôle majeur des GSTs est de convertir des composés lipophiles en molécules hydrophiles facilement excrétables (Habig *et al.*, 1974). Elles jouent un rôle important dans la physiologie du stress, le transport intracellulaire et dans les différentes voies de biosynthèse (Oppenoorth *et al.*, 1977; Kao & Sun, 1991; George, 1994; Sun *et al.*, 2001). Le rôle physiologique des GSTs dans la protection de l'organisme contre de nombreux toxiques a été démontré chez les insectes ravageurs (Louat, 2013).

Chez les insectes, l'augmentation de cette enzyme traduit une mise en place du processus de détoxification qui est une forme de défense de l'insecte contre le pesticide (Clark, 1989) et elle est directement reliée avec la résistance aux organochlorés, organophosphorés et divers autres insecticides (Hemingway *et al.*, 1985; Grant & Matsumura, 1989; Chiang & Sun, 1993; Lagadic *et al.*, 1993; Valles & Yu, 1996). Mais la diminution des GSTs peut être liée à l'implication de cette enzyme dans la biosynthèse des hormones et aussi dans le transport intracellulaire (Enayati *et al.*, 2005; Board & Menon, 2013).

Dans la présente étude, l'activité spécifique des GSTs chez les adultes de *S. granarius*, traitées aux insecticides, a augmenté d'une manière significative à différentes périodes, par

rapport aux témoins. Des résultats similaires sont observés par [Tine et al. \(2017\)](#) et qui ont montré que l'azadirachtine peut augmenter significativement l'activité des GSTs chez les adultes de *Rhyzopertha dominica*. L'augmentation de cette activité a été notée également chez d'autres insectes traités, avec différentes formulations commerciales d'azadirachtine, comme chez les larves de *Xanthogaleruca luteola* (Coléoptère) traitées avec l'Achook ([Valizadeh et al., 2013](#)), chez les adultes de *Blattella germanica* traités avec l'azadirachtine ([Saci, 2006](#) ; [Tine, 2013](#)) ou encore chez les larves de *H. armigera* (Lépidoptère) traitées avec l'huile de Neem ([War et al., 2014](#)). De plus, [Vanhaelen et al. \(2001\)](#) ont signalé que les métabolites secondaires du Brassicaceae induisent l'activation des GSTs chez *Myzus persicae* et chez plusieurs espèces de lépidoptères, telles que *Heliothis virescens*, *Trichoplusia ni* et *Anticarsia gemmatilis*. Des résultats similaires ont été également signalés chez *Zonocerus variegatus* exposé à l'extrait d'*Ocimum gratissimum* ([Adeyi et al., 2015](#)), chez *Glyphodes pyloalis* traitée à l'extrait d'*Artemisia annua* ([Khosravi et al., 2011](#)), et chez *Eurygaster integriceps* exposée à l'extrait d' *A. annua* ([Zibae & Bandani 2010](#)), chez *Tribolium castaneum* traité à l'HE d'*Artemisia dracuncululus* ([Shojaei et al., 2017](#)) et chez *Myzus persicae* traité par les huiles extraites de certaines plantes de la famille des Asteraceae ([Czerniewicz et al., 2018](#)).

Par contre, une réduction de l'activité des GSTs a été notée chez les larves L3 de *T. castaneum* et *C. maculatus* traitées aux HES de cardamome, de cannelle et de muscade ([Tarigan & Harahap, 2016](#)), chez les larves de *Tribolium castaneum* traitées à l'huile d'*Agastache foeniculum* ([Ebadollahi et al., 2013](#)), chez les larves de *Culex quinquefasciatus* traitées à l'HE de *Citrus grandis* ([Mahanta et al., 2017](#)) et chez les larves de *T. castaneum* traitées aux HES de six plantes : *Allium sativum*, *Mentha piperita*, *Ocimum basilicum*, *Thymus vulgaris*, *Sesamum indicum* et *Chamaemelum nobile* ([El-Aziz et al., 2009](#)).

L'accroissement de l'activité spécifique de la GST peut provenir soit d'une modification de la conformation de l'enzyme la rendant plus efficace soit d'une production accrue de cette protéine, pouvant parfois représenter jusqu'à 12% des protéines totales. Cette surproduction peut être due également à une modification d'un gène régulateur contrôlant le degré d'expression de l'enzyme, et à une augmentation du nombre de copies du gène qui code pour ces enzymes ([Cédric, 2008](#)).

4.5.2. Effet sur le taux de la GSH

Le glutathion (GSH) est un tripeptide soluble dans l'eau, constitué de trois acides aminés ; glutamate, cystéine et glycine (L- γ -glutamyl-L cysteinyl glycine), produit naturellement dans

le corps (Meister & Anderson, 1983; Noctor *et al.*, 1998; Kim *et al.*, 2005). Il existe sous deux formes, oxydée GSSG et réduite GSH, et ses enzymes comprennent la glutathion peroxydase (GPx) et la glutathion S-transférase (GST) qui sont impliquées dans la détoxification (Yu, 1994; Kizek *et al.*, 2004; Zehnalek *et al.*, 2004).

Le glutathion est un biomarqueur non-enzymatique qu'il peut être transporté et/ou produit dans d'autres compartiments cellulaires. La GSH joue un rôle majeur dans le processus de défense intracellulaire. C'est le principal système impliqué dans la détoxification des ions peroxyde et dans la lutte contre le stress oxydatif (Gannagé-Yared *et al.*, 1998). En plus, la GSH joue un rôle dans d'autres réactions cellulaires, comme le métabolisme, la croissance cellulaire, la régulation des activités enzymatiques, la régulation du cycle cellulaire, la transduction du signal, l'expression des gènes, la régulation des protéines, l'apoptose, et empêche le dommage de l'ADN et les autres macromolécules par la réduction des ribonucléotides en désoxyribonucléotides (Meister & Anderson, 1983; Shan *et al.*, 1990; Bounous & Gold, 1991; Barbaro *et al.*, 1997; Wang & Ballatori, 1998; Sies, 1999; Penninckx, 2002; Kim *et al.*, 2005; Lu, 2009).

Les résultats obtenus au cours de notre étude révèlent une diminution significative du taux de la GSH chez les séries traitées par le citron, l'azadirachtine et la combinaison avec un effet marqué de l'azadirachtine et du citron à l'égard de *S. granarius*, ce qui est en accord avec plusieurs travaux réalisés. Cette diminution a été notée chez les adultes de *R. dominica* (Tine *et al.*, 2017) et chez *B. germanica* traités au spinosad (Tine *et al.*, 2015). Kiran *et al.* (2017) ont observé également une réduction du taux de la GSH chez *Callosobruchus chinensis* et *C. maculatus* après traitement à l'HE de *Boswellia carterii*. Les mêmes observations ont été faites chez *S. oryzae* et *R. dominica* traités à l'HE de *Gaultheria procumbens* (Kiran & Prakash, 2015). Dris (2018) a démontré que les HEs extraites à partir de trois plantes, *L. dentata*, *M. piperita* et *O. basilicum* provoquent une réduction du taux de la GSH chez deux espèces de moustiques : *Cs. longiareolata* et *Cx. pipiens*. Nos résultats corroborent avec ceux de Bouguerra (2019) qui ont démontré que les HEs de deux plantes, *T. vulgaris* et *O. vulgare* diminuent le taux de la GSH chez *Cx. pipiens*.

En revanche, les travaux de Singh *et al.* (2017) mettent en évidence une augmentation du taux de la GSH chez *S. oryzae* exposée à l'anhydride 2,3-diméthylmaléique et chez *B. germanica* traitée par l'azadirachtine (Saci, 2006).

La diminution de la GSH pourrait être expliquée par une consommation accrue de ce cofacteur par les GSTs afin de détoxifier les bioinsecticides. Cette diminution traduit une réduction du système antioxydant non enzymatique (Tine, 2013).

4.5.3. Effet sur l'activité spécifique de la catalase

Les catalases (CAT : EC 1.11.1.6) sont des hémoprotéines tétramériques qui, avec un atome de fer par sous-unité, ont une masse d'environ 240 KDa. Elles sont des enzymes peroxysomales dont le rôle est de prévenir les peroxydations des molécules biologiques induites par l'eau oxygénée (H₂O₂). Elles sont impliquées dans la défense de la cellule contre les effets toxiques du peroxyde d'hydrogène en catalysant sa décomposition en oxygène et eau, ce qui limite les effets délétères des espèces réactives à l'oxygène (ROS) (Goyal & Basak, 2010; Mamidala *et al.*, 2011; Hu *et al.*, 2012). Les systèmes cellulaires de défenses antioxydants dans les organismes biologiques sont altérés lorsqu'ils sont exposés aux polluants environnementaux et aux pesticides ; cependant, les niveaux d'antioxydants dans les organismes vivants peuvent augmenter de manière à restaurer le déséquilibre causé par les dommages oxydatifs (Yildirim *et al.*, 2011). Les teneurs en enzymes antioxydants peuvent donc être utilisées comme biomarqueurs du stress oxydatif (Livingstone, 2001). L'activité de la catalase n'est pas spécifique à un groupe de contaminants, mais au stress oxydatif et peut être induite par une large gamme de xénobiotiques (Badiou-Bénéteau *et al.*, 2012; Chakrabarti *et al.*, 2015).

Les résultats obtenus chez les adultes de *S. granarius*, révèle une augmentation significative de l'activité de la catalase chez les traités comparativement aux témoins, avec un effet marqué de l'azadirachtine. Cette augmentation de l'activité traduit une mise en place du processus de détoxification qui est une forme de défense de l'insecte contre le pesticide (Clark, 1989).

Nos résultats concordent avec ceux de Boulahbel *et al.* (2015), qui ont montré une augmentation de l'activité de la catalase chez *D. melanogaster* traitée à l'azadirachtine et avec ceux de Pinho *et al.* (2014) après le traitement des mouches par l'HE de *Psidium guajava*. Une augmentation du taux de la catalase de l'ordre de 30,29% et 38,82%, a été observée après 24 heures d'exposition à la CL₅₀ de l'HE de *Boswellia carterii* chez *C. chinensis* et *C. maculatus* respectivement (Kiran *et al.*, 2017). Les travaux de Dris (2018) ont montré une augmentation de ce biomarqueur chez *Cs. longiareolata* et *Cx. pipiens* suite à un traitement par les huiles de la lavande, du basilic et de la menthe poivrée. Par contre, une diminution de l'activité de la catalase a été observée chez *S. oryzae* et *R. dominica* traités à l'HE de

Gaultheria procumbens (Kiran & Prakash, 2015), ce qui peut être en raison de la production accrue du radical anion superoxide (Kurutaş *et al.*, 2009; Sreejai & Jaya, 2010). Cette diminution induit une accumulation de H₂O₂ toxique à la cellule, conduisant à la peroxydation des lipides membranaires (Sharma *et al.*, 2012).

4.6. Effet du traitement sur la composition biochimique

L'efficacité des extraits de plantes contre les insectes a été signalée dans plusieurs travaux (Cetin & Yanikoglu, 2006; Negahban *et al.*, 2007; Ayvaz *et al.*, 2009; El-akhal *et al.*, 2015; 2016); aussi bien sur le plan physiologique que biochimique (El-Bermawy & Fattah, 2000; Renuga & Sahayaraj, 2009). Une panoplie d'études a montré que ces extraits affectent les protéines nécessaires au développement, à la croissance et à l'accomplissement des activités vitales des insectes (Yazdani *et al.*, 2014). 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..etc (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 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; Dris *et al.*, 2017; Gnanamani & Dhanasekaran, 2017). La baisse de ces réserves a été justifiée dans des travaux antérieurs, par une interférence des extraits avec les hormones régulatrices de la synthèse des protéines et l'accélération de leur dégradation (Ramakoteswara Rao *et al.*, 1995; Sharma *et al.*, 2011; Vijayaraghavan *et al.*, 2010; Gnanamani & Dhanasekaran, 2017), ainsi que l'utilisation excessive des réserves lipidiques et glucidiques pour produire de l'énergie (Sak *et al.*, 2006; Yazdani *et al.*, 2014). Par contre, l'élévation du taux des différents métabolites a été souvent expliquée par une glycogénolyse entraînant une hyperglycémie (Nath *et al.*, 1997) ; et une modification du taux lipidiques par le biais d'une peroxydation lipidique (Senthilkumar *et al.*, 2009).

Toutes ces modifications dans le profil biochimique témoignent du stress physiologique des individus, qui dépend probablement de l'action de différents composés phytochimiques contenus dans ces extraits (Sharma *et al.*, 2011). Cependant, le mécanisme de ces produits n'est pas complètement connu. Par conséquent, il est essentiel d'étudier les modifications des

substances biochimiques dans les échantillons traités avec des insecticides végétales (Sharma *et al.*, 2011). L'évaluation des paramètres biochimiques constitue un moyen majeur pour déterminer le pouvoir toxique des bioinsecticides d'origine végétale et qui ont un grand intérêt dans le contrôle biologique des insectes nuisibles (Sak *et al.*, 2006).

4.6.1. Effet sur les protéines

Les protéines est un constituant important de la cellule et du système vivant, car les différentes enzymes qui réalisent les cascades d'activités métaboliques dans les organismes sont principalement des protéines (Preet & Sneha, 2011). 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). Nécessaires au développement de l'organisme et à sa croissance pour réaliser ses activités vitales (Yazdani *et al.*, 2014; Mojarab-Mahboubkar *et al.*, 2015), les protéines jouent un rôle fondamental dans l'organisme de toutes les espèces biologiques vivantes connues (Mahler *et al.*, 1968). Chez les insectes, les protéines et les acides aminés jouent un rôle majeur durant les différentes phases de leur vie car ils sont caractérisés par des niveaux très élevés (Chippendale, 1970). La teneur de l'insecte en protéines dépend de sa synthèse et sa dégradation (Gnanamani & Dhanasekaran, 2017). Cependant, elles peuvent être inductibles à la suite d'une exposition à des xénobiotiques (Haubruge & Amichot, 1998).

Nos résultats montrent que le traitement des adultes de *S. granarius* par l'huile de *C. limonum*, l'azadirachtine et leur combinaison par fumigation et par ingestion, induit une perturbation du contenu en protéines en le diminuant. Cela concorde avec les observations d'Ali *et al.* (2017) qui ont révélé une réduction de la teneur en protéines totales chez les larves de *S. littoralis* traitées avec les extraits d'ail et de citron et chez *Choristoneura rosaceana* traitées avec de l'azadirachtine (Huang *et al.*, 2004). Des résultats similaires ont été enregistrés chez les larves de *P. interpunctella* et *Helicoverpa armigera* traitées à l'HE d'*Artemisia annua* (Zamani *et al.*, 2011; Mojarab-Mahboubkar *et al.*, 2015), chez les larves de *Plodia interpunctella* après traitement à l'huile d'*Artemisia khorassanica* (Borzoui *et al.*, 2016), chez *Helicoverpa armigera* après traitement à l'HE d'*Azadirachta indica* (War *et al.*, 2014), chez les larves de *T. castaneum* soumises à la fumigation avec *Agastache foeniculum* (Ebadollahi *et al.*, 2013), chez *T. castaneum* et *C. maculatus* (Tarigan & Harahap, 2016) et chez *Glyphodes pyloalis* traitée à l'huile de *Lavandula angustifolia* (Yazdani *et al.*, 2013). L'expression des protéines chez *Spodoptera litura* a été significativement diminuée après

traitement avec l'azadirachtine (Huang *et al.*, 2004). Smirle *et al.* (1996) et Huang *et al.* (2004) ont signalé que l'exposition des larves de lépidoptères de *Choristoneura rosaceana* et *Spodoptera litura* à des bioinsecticides puissants (huile de neem et azadirachtine) a entraîné une réduction significative des concentrations de protéines. Ahmad *et al.* (2012) rapportent que l'azadirachtine interfère ou bloque certaines voies nécessaires pour la synthèse de l'ARN ou même un impact direct sur celui-ci. L'azadirachtine inhibe la synthèse des protéines dans plusieurs types de tissus via des enzymes telles que les trypsines de l'intestin moyen (Timmins & Reynolds, 1992), les 20 hydroxy-monoxygénases du corps gras (Mordue *et al.*, 2005) et les enzymes de détoxification (Lowery & Smirle, 2000). La teneur en protéines totales chez les larves de *Plodia interpunctella* traitées avec les concentrations létales (CL₂₅, CL₅₀ et CL₇₅) d'*Artemisia annua* est significativement réduite par rapport aux témoins (Zamani *et al.*, 2011). En outre, des résultats similaires ont été enregistrés chez les moustiques, suite à un traitement aux HEs de la lavande, de la menthe et du basilic (Dris, 2018), aux HEs du thym et de l'origan (Bouguerra, 2019), à l'*A. annua* et l'*Azadirachta indica* (Sharma *et al.*, 2011).

Par contre, des résultats opposés ont été observés chez les adultes de *R. dominica* traités à l'azadirachtine (Tine *et al.*, 2017), à l'*Eucalyptus globulus* et à l'*Artemisia herba-alba* (Aref & Valizadegan, 2015) et chez les larves de *Rhizotrogini* traitées aux extraits hydroalcooliques des feuilles de *Nerium oleander* (Madaci *et al.*, 2008). Ces résultats contradictoires peuvent être dues aux différences de sensibilité chez les espèces ou le stade de développement considéré (Ghoneim *et al.*, 2003).

La réduction du contenu en protéines totales peut être attribuée aux changements dans la synthèse de l'ADN, la faible assimilation des aliments et la faible absorption des acides aminés après exposition aux insecticides (Askar *et al.*, 2016). Elle est également due 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 le principe actif présent dans ces bioinsecticides (Ramakoteswara Rao *et al.*, 1995; Vijayaraghavan *et al.*, 2010; Sharma *et al.*, 2011) et enfin le besoin accru en énergie dans les conditions de stress peut conduire au catabolisme des protéines (Gnanamani & Dhanasekaran, 2017). 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) ou au mécanisme de production de lipoprotéines pour renouveler les cellules et les tissus endommagés (Sak *et al.*, 2006).

4.6.2. Effet sur les réserves énergétiques et le taux d'épuisement

Durant le développement des insectes (larve, pupa et adulte), l'hémolymphe subit des modifications métaboliques diverses (Sugumaran, 2010), afin de satisfaire les demandes énergétiques sous un contrôle endocrine (Gäde, 2004). En effet, ces fluctuations sont liées aux différents états physiologiques de l'insecte tels que la mue, la nymphose et la diapause (Nowosielski & Patton, 1965). Les insectes doivent accumuler un minimum d'éléments nutritifs pour survivre durant la métamorphose (Mirth & Riddiford, 2007). Les macromolécules stockées dans le corps gras des insectes ont des rôles de fournir de l'énergie pour les processus biologiques dus au métabolisme de macromolécules accumulées comme les protéines, le glycogène et les triglycérides. Ces macromolécules sont utilisées dans des situations comme le vol, la faim, l'alimentation et le stress.... etc (Ramzi *et al.*, 2014).

L'exposition d'un organisme à un xénobiotique peut modifier la synthèse de certains constituants biochimiques et perturber leurs fonctionnalités (Rodriguez-Ortega *et al.*, 2003). Dans les études physiologiques, la détermination des protéines totales et de nombreuses macromolécules biochimiques, telles que les lipides et les glucides des individus traités par des insecticides botaniques est important pour déterminer le pouvoir toxique de ces derniers (Sak *et al.*, 2006; Yazdani *et al.*, 2013; 2014; Gnanamani & Dhanasekaran, 2017).

Dans cette étude, une réduction significative a été trouvée dans les réserves énergétiques accumulées suite à un traitement par l'huile de citrus, l'azadirachtine et la combinaison des deux molécules.

Durant la métamorphose et le développement embryonnaire, les glucides jouent un double rôle au niveau de tous les tissus, structural (cellulose, chitine, acide hyaluronique) (Nation, 2008) et fonctionnel (Kaufmann & Brown, 2008). Ils représentent une source d'énergie pour les organismes vivants, soit immédiatement utilisable (tréhalose), soit sous forme de réserves (glycogène). Le taux de glycogène et de tréhalose dans les tissus sont étroitement liés aux événements physiologiques tels que le vol, la mue, et la reproduction (Kaufmann & Brown, 2008). Le tréhalose est la fraction la plus importante des glucides circulants. Il joue un rôle métabolique de premier plan dans le cycle de développement (Steele, 1981) et constitue une source énergétique essentielle en libérant le glucose sous l'action d'une enzyme, la tréhalase. Sa concentration dans l'hémolymphe est déterminée par la vitesse de deux processus : son retrait pour les besoins énergétiques de l'insecte et son stockage dans le corps gras (Wyatt, 1967).

Nos résultats montrent une réduction significative des réserves énergétiques chez les adultes de *S. granarius* après application du citron et de l'azadirachtine (seule et combinée) par fumigation et par ingestion avec les deux concentrations testées (CL₂₅ et CL₅₀). De plus, on note que l'azadirachtine est le traitement qui a plus d'effet sur ses réserves énergétiques quel que soit le mode d'application.

Des résultats similaires ont été observés chez *Spodoptera littoralis* traité à l'*Azadirachta indica* et *Citrullus colocynthis* (Rawi *et al.*, 2011), chez *T. castaneum* et *C. maculatus* traités avec les HEs de cardamome, cannelle et muscade (Tarigan & Harahap, 2016), chez *Plodia interpunctella* traité avec l'*Artemisia Khorassabica* et *Vitex pseudo-negundo* (Borzoui *et al.*, 2016) et chez *Glyphodes pyloalis* exposé à un extrait d'*A. annua* et *R. officinalis* (Khosravi *et al.*, 2010; Yazdani *et al.*, 2013). De plus, les travaux d'Ebadollahi *et al.* (2013) ont signalé une diminution de la teneur en glucides totaux chez les larves de *T. castaneum* traitées par fumigation avec l'huile d'*A. foeniculum*. Par ailleurs, la teneur en glucides chez les larves de *P. interpunctella* et *Helicoverpa armigera* traitées avec l'HE d'*A. annua* est significativement diminuée après 24 h d'exposition (Zamani *et al.*, 2011; Mojarab-Mahboubkar *et al.*, 2015). Les mêmes observations ont été signalées chez les larves d'*Ephestia kuehniella* traitées avec l'huile de *Teucrium polium* (Lamiaceae) (Shahriari *et al.*, 2017) et chez les larves de *G. pyloalis* traitées avec l'extrait d'*A. annua* (Khosravi *et al.*, 2010).

Plusieurs travaux ont montré également une perturbation des réserves glucidiques chez plusieurs espèces d'insectes traitées par les HEs extraites de différentes plantes (Sak *et al.*, 2006; Razak & Sivasubramanian, 2007; Vijayaraghavan *et al.*, 2010; Sneha & Preet, 2016; Dris, 2018; Bouguerra, 2019; Guenez, 2020; Seghier *et al.*, 2020). En revanche, les larves de *Spodoptera littoralis* traitées par les huiles d'*Allium sativum* et de *Citrus limonum* montrent une augmentation de la teneur en glucides (Ali *et al.*, 2017).

La déplétion du glucose peut être due aux conditions de stress imposées à ces insectes qui ont besoin plus d'énergie, donc le glucose sera métabolisé pour couvrir les dépenses énergétiques via une induction par des neuropeptides (Gäde, 2004; Mojarab-Mahboubkar *et al.*, 2015). Elle peut être due également 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).

Le corps gras joue un rôle majeur dans la vie des insectes. C'est un tissu dynamique impliqué dans de multiples fonctions métaboliques. L'une de ses fonctions est de stocker et de libérer

de l'énergie en réponse aux besoins énergétiques de l'insecte. Les insectes stockent les réserves d'énergie sous forme de glycogène et de triglycérides dans les adipocytes, la principale cellule adipeuse du corps (Arrese & soulages, 2010). Les lipides sont considérés comme la source d'énergie la plus importante chez les insectes (Beenakers *et al.*, 1985). Le métabolisme des lipides est essentiel à la croissance et à la reproduction et fournit l'énergie nécessaire pendant les périodes prolongées de non-alimentation (Arrese & Soulages, 2010). Cette réserve semble être la résultante d'un équilibre entre la nutrition et la demande énergétique pour différents processus comme la croissance (Beenackers *et al.*, 1981). Chez *Tribolium confusum*, le maximum d'acides gras est observé au stade larvaire (activité locomotrice) et au stade adulte (activité locomotrice et maturité sexuelle), durant lesquels le métabolisme est le plus intense (Beaudoin & Lemonde, 1970). La conservation des lipides se produit pendant la période larvaire car ils libèrent une énergie élevée nécessaire à la métamorphose (Zamani *et al.*, 2011). Toute perturbation de composés biochimiques importants a un effet direct et indirect sur les adultes résultants (Sak *et al.*, 2006).

Dans la présente étude, les résultats obtenus montrent que les traitements appliqués par fumigation et par ingestion sur les adultes de *S. granarius* affectent le contenu en lipides. Ceux-ci sont en accord avec ceux obtenus par Tine *et al.* (2017) qui ont constaté une réduction de ce contenu chez les adultes de *R. dominica* après traitement à l'azadirachtine avec la CL₁₀ et la CL₂₅. War *et al.* (2014) ont observé également une diminution de ce contenu chez *Helicoverpa armigera* après traitement à l'HE d'*Azadirachta indica*. Tarigan & Harahap (2016) ont trouvé que les HEs de cardamome, cannelle et muscade diminuent le taux de lipides chez *T. castaneum* et *C. maculatus*. Les travaux de Borzoui *et al.* (2016) montrent également que les HEs extraites de *A. khorassanico* et *V. pseudo-negundo* affectent le contenu en lipides chez les larves L4 de *P. interpunctella*. Par ailleurs, la teneur en lipides chez les larves de *P. interpunctella* et d'*Helicoverpa armigera* traitées par l'HE d'*A. annua* est significativement diminuée après 24 heures de traitement (Zamani *et al.*, 2011; Mojarab-Mahboubkar *et al.*, 2015). Ce composé a été également réduit chez les larves de *G. pyralis* traitées à l'huile de *L. anustifolia* (Yazdani *et al.*, 2013) et à l'extrait d'*A. annua* (Khosravi *et al.*, 2011). Ebadollahi *et al.* (2013) ont signalé que la teneur en lipides totaux a diminué chez les larves de *T. castaneum* soumises à un traitement par fumigation avec *A. foeniculum*. Les quantités de triglycérides chez les larves d'*Ephestia kuehniella* traitées au *Teucrium polium* (Lamiaceae) ont diminué significativement par rapport aux témoins (Shahriari *et al.*, 2017). Une réduction significative de sucre (93,98%), de glycogène (94,47%) et de lipides (25,58%)

a été observée également chez les larves d'*Aedes aegypti* traitées avec une concentration sub létale de 20 ppm d'alun de potasse brut (Preet & Sneha, 2011). Par ailleurs, l'application de *Citrullus colocynthis* (Cucurbitaceae) a réduit la quantité de glycogène et de triglycérides chez *Ectomyelois ceratoniae* (Lepidoptera : Pyralidae) (Ramzi *et al.*, 2014). Des résultats similaires ont été observés chez les moustiques traités par différentes plantes, telles que le basilic, la menthe poivrée et la lavande (Dris, 2018), le thym et l'origan (Bouguerra, 2019), la menthe pouliot et le laurier (Guenez, 2020) et l'huile de neem (Sneha & Preet, 2016). En revanche, Askar *et al.* (2016) signalent que l'application de l'huile de girofle sur les adultes de *S. oryzae*, *S. zmais* et *S. granarius* a augmenté les niveaux de lipides.

L'épuisement des lipides après traitement aux insecticides pourrait être dû à une altération de leurs synthèse (Klowden, 2007), à un dysfonctionnement hormonal qui contrôle le métabolisme lipidique (Steele, 1981), à l'utilisation de cette réserve métabolique (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 (Steele, 1985; Lohar & Wright, 1993). Une perturbation des activités physiologiques et métaboliques par l'action de ces traitements expliquait la mortalité de cet insecte.

Au cours de notre étude, les traitements appliqués ont tous influencé les réserves énergétiques, bien qu'il y ait eu des variations dans le degré d'épuisement de ces réserves. L'épuisement des réserves de glucides et de lipides s'est avéré dépendant du temps et de la concentration, c'est-à-dire qu'une baisse maximale a été observée à 72 h suivies de 48 et 24 h après traitement. Une réduction similaire de ces réserves énergétiques a été observée dans des études antérieures portant sur différents types de facteurs de stress : environnemental (Muturi *et al.*, 2011), nutritionnel (Vantaux *et al.*, 2016), chimique (Preet & Sneha, 2011; Rivero *et al.*, 2011) ou d'origine végétale (Vinayagam *et al.*, 2008; Senthilkumar *et al.*, 2009).

4.7. Persistance de l'activité biologique des traitements

La détermination de la persistance des HEs est une information majeure pour l'optimisation des biopesticides d'origine végétale dans le sens qu'elles permettraient une utilisation pratique des HEs dans la protection post récolte (Ilboudo *et al.*, 2010).

La composition chimique d'une HE ainsi que la sensibilité de la cible contrôlaient la durée de son activité insecticide (Obeng-Ofori *et al.*, 1997). Les monoterpènes sont les composés les plus actifs qui maintiennent l'efficacité insecticide des HEs (Ngamo *et al.*, 2007). En raison de

leur forte volatilité, l'activité des HEs diminue avec le temps d'exposition. Dans la présente étude, nos résultats montrent une différence de persistance de l'activité biologique des insecticides. La combinaison du citron et de l'azadirachtine est le traitement qui persiste le plus, comparativement au citron seul et à l'azadirachtine seule.

La persistance des biopesticides est le résultat de nombreux facteurs tels que la forte volatilité des composés, leur dégradation rapide et l'oxydation potentielle des hydrocarbures sesquiterpéniques (Ilboudo *et al.*, 2010). La volatilité des HEs et leur photosensibilité limitent leur durée de conservation, ce qui rend difficile leur utilisation à grande échelle (Campos *et al.*, 2016).

Par ailleurs, la persistance de l'activité insecticide de l'HE est corrélée à sa composition chimique et à la sensibilité de l'organisme nuisible visé aux composés actifs de cette huile (Obeng-Ofori *et al.*, 1997), comme cela a été suggéré par Ngamo *et al.* (2007) qui ont étudié la persistance de trois HEs, *Annona senegalensis*, *Hyptis spicigera* et *Lippia rugosa* vis-à-vis de 4 ravageurs de denrées stockées dont *S. zeamais*, *S. oryzae*, *C. maculatus* et *T. castaneum*. Les HEs peuvent se dégrader naturellement à des vitesses variables au cours du temps. Cette dégradation pourrait être accentuée sous l'influence de certains facteurs de l'environnement comme la température et la lumière (Isman, 2000; Lobstein *et al.*, 1983; Miresmailli & Isman, 2006). Ilboudo *et al.* (2010) a montré que la température élevée provoque une diminution considérable de l'activité adulticide des HEs d'*Ocimum americanum*, *Hyptis suaveolens*, *Lippia multiflora* et *Hyptis spicigera*, quel que soit l'huile appliquée. Ce résultat suggère que la température inhibe ou altère les composés chimiques des HEs responsables de leur toxicité. La dénaturation de ces HEs par la température est bien connue (Lobstein *et al.*, 1983).

L'efficacité résiduelle des HEs peut être expliquée par le composant chimique actif de l'espèce végétale utilisée. La forte volatilité et la dégradation rapide des composés actifs des HEs sont probablement à l'origine de la perte de leur activité biologique. Les composés actifs qui maintiennent l'efficacité insecticide des HEs sont les monoterpènes (Miresmailli & Isman, 2006; Ngamo *et al.*, 2007; Heydarzade & Moravvej, 2012; Akami *et al.*, 2016). Il a été suggéré que l'oxydation des composés mono- et sesquiterpéniques pourrait entraîner la perte de l'activité biologique de ces huiles (Ngamo *et al.*, 2007; Ilboudo *et al.*, 2010; Heydarzade & Moravvej, 2012). Les HEs à forte teneur en composés hydrogénés sont les plus sensibles à l'oxydation et perdent leur activité plus rapidement que celles contenant principalement des composés oxygénés (Huang & Ho, 1998; Regnault-Roger *et al.*, 2002).

Des recherches réalisées sur plusieurs plantes aromatiques dans le nord du Cameroun ont montré que l'espèce végétale qui a un fort taux de persistance, c'est celle qui contient une proportion la plus élevée de molécules oxygénées telles que les monoterpènes et les sesquiterpènes oxygénés (Jirovetz *et al.*, 2000; Ngamo *et al.*, 2007; Goudoum *et al.*, 2013). Ces auteurs estiment que les huiles les plus volatiles, riches en composés hydrogénés, sont moins persistantes que celles qui renferment des composés oxygénés. En effet, la vitesse d'oxydation des monoterpènes hydrogénés tels que le Sabinène et le 1,8-Cinéole est très rapide, ce qui induit une perte d'activité biologique des HEs (Kim *et al.*, 2003). Les résultats obtenus par Habiba *et al.* (2015) ont montré la persistance de l'huile de *Securidaca longepedunculata* traduite par la conservation de sa toxicité de l'ordre de $69,97 \pm 3,07\%$ entre 7 et 19 jours d'exposition contre *S. oryzae*, tandis que pour la poudre végétale de *B. grandifolia*, la toxicité diminue rapidement de 52 à 18,63% au cours de la même période d'observation (Habiba *et al.*, 2015). De plus, les concentrations létales (CL₅₀ et CL₉₀) de l'HE de *Thuja orientalis* ont été réduites en augmentant les périodes d'exposition contre *S. granarius* (Hamza *et al.*, 2016). Mais, l'augmentation des concentrations et des temps d'exposition a augmenté les taux de répulsion de l'huile extraite de *Ferulago angulata* (Ebrahimifar *et al.*, 2020). Les travaux de Caboni *et al.* (2002) ont montré que l'azadirachtine A et B ont une demi-vie de 0,73 et 0,97 jour respectivement et que l'AZA-A est plus photostable grâce aux limonoïdes. La photodégradation de l'azadirachtine au laboratoire est plus faible que celle au niveau du terrain (Caboni *et al.*, 2002).

De nouvelles formulations avec la nanotechnologie pourraient améliorer la stabilité et la durabilité de ces biopesticides dans une perspective considérable en tant que produits insecticides commerciaux (Pasquoto-Stigliani *et al.*, 2017; Athanassiou *et al.*, 2018; Bipin, 2019).

4.8. Rapport synergique (SR) de la combinaison

Le rapport synergique met en évidence la contribution utile des composés en faible quantité dans la potentialisation de l'activité insecticide de ces composés lorsqu'ils sont mélangés, ce que l'on appelle communément la synergie (Regnault-Roger *et al.*, 2002; Iboudo *et al.*, 2010; Akami *et al.*, 2016). Akami *et al.* (2016), ont testé chaque constituant majeur individuellement, ils ont constaté qu'il n'y a aucun effet aussi important que l'HE brute, c'est-à-dire ce n'est pas le même effet comme celui du mélange complexe. Ces

constituants d'HE peuvent agir par synergie ce qui augmentent leur efficacité par divers mécanismes (Hummelbrunner & Isman, 2001; Ngamo *et al.*, 2007; Ilboudo *et al.*, 2010).

Cela pourrait donc être justifié par les valeurs du rapport de synergie (SR) supérieures à 1 dans tous les traitements au cours de nos expérimentations. La synergie entre les monoterpènes est constatée dans plusieurs HEs. Plusieurs chercheurs ont enregistré une très faible efficacité des principaux composés utilisés individuellement lorsqu'ils ont étudié l'efficacité de l'HE de *Zataria multiflora* et d'autres HEs sur le charançon du niébé, *C. maculatus* (Lima *et al.*, 2011; Rastegar *et al.*, 2011; Chaubey, 2012). Le traitement combiné du neem et *Beauveria bassiana* a montré une mortalité plus élevée et des valeurs de CL₅₀ inférieures à celles d'un seul traitement contre *Ephestia kuehniella* (Mohan *et al.*, 2007).

Le mélange binaire des spores de *Beauveria bassiana* avec l'azadirachtine a montré un meilleur contrôle des insectes. Cette approche contribuera à réduire les doses appliquées, favorisant ainsi une lutte efficace contre les ravageurs et réduisant les coûts d'application (Islam *et al.*, 2011; Wei, 2020). Les résultats de Shakarami *et al.* (2015) ont montré que la combinaison d'huile essentielle de *C. vulgaris* et les champignons *B. bassiana* ont eu un effet synergique sur la mortalité des larves d'*E. Kuehniella* (RS = 1,20). De plus, l'azadirachtine a montré un synergisme avec un composé mineur dans l'huile de neem contre *S. litura* (Prianto *et al.*, 2019).

La combinaison synergique d'insecticides biologiques et chimiques offre des alternatives prometteuses pour la lutte contre les insectes ravageurs (Scott *et al.*, 1990; Koppenhöfer & Fuzy, 2003; Baki *et al.*, 2005; Morales-Rodriguez & Peck, 2009). Dans une formulation insecticide contenant du Pyrèthrine, l'ajout de quantités appropriées d'azadirachtine et d'huile de neem peut considérablement augmenter l'activité du pyrèthre (Chang *et al.*, 1997). War *et al.* (2011) ont rapporté également une activité synergique de l'endosulfan avec une formulation d'huile de neem contre la chenille du tabac *Spodoptera litura*. Des effets sublétaux et combinés de l'azadirachtine et de *B. thuringiensis* ont été constatés chez les vers du coton, *Helicoverpa armigera* (Abedi *et al.*, 2014a). L'azadirachtine en association avec le malathion, la décaméthrine et le Bt s'est avérée efficace contre *S. litura* (Jat & Bhardwaj, 2005). Baki *et al.* (2005) ont rapporté la synergie entre les extraits de plantes de *Wedelia calendulacea* et la Lambda cyhalothrine contre *T. castaneum*. L'activité synergique de l'extrait de *Melia toosendan* avec du malathion contre *S. litura* a été étudiée par Feng *et al.* (1995). Les travaux de War *et al.* (2011) montrent que les insecticides d'origine botanique peuvent augmenter l'efficacité des insecticides synthétiques. Par ailleurs, des effets antagonistes de

l'azadirachtine ont été observés au cours du traitement de *Blatella germanica* avec le cyfluthrine et la permethrine (Salehzadeha & Mahjub, 2011).

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

V. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les insectes ravageurs des denrées, majoritairement des Coléoptères peuvent causer la perte totale d'un stock. Le moyen le plus courant pour limiter leurs activités est l'usage des pesticides dont les effets indésirables sont malheureusement très nombreux. L'intoxication humaine en est une principale. Au cours des dernières décennies, de nombreux travaux ont été menés dans le but de rechercher des méthodes de protection des denrées plus douces, respectueuses de la santé humaine et de l'environnement. La recherche des méthodes alternatives de protection des denrées telles que les phytopesticides, produits de la biodiversité locale se présente aujourd'hui comme une alternative prometteuse. Les pesticides d'origine végétale constituent une piste sérieuse.

Les expérimentations conduites dans cette étude avec les biopesticides suggèrent la possibilité de leur utilisation en protection des denrées stockées.

Le travail réalisé, nous a permis d'évaluer chez un ravageur des denrées, *Sitophilus granarius*, l'effet de deux biopesticides, l'azadirachtine et l'huile essentielle extraite de *Citrus limonum* appliqués (seule et combinée) par fumigation et par ingestion, sur la mortalité, la répulsion, la composition biochimique, et sur l'activité des biomarqueurs enzymatiques tels que les glutathion S-transférases (GSTs) et la catalase et non enzymatique, le glutathion (GSH). La persistance et la synergie de ces deux produits ont été également étudiées.

L'HE de *Citrus limonum* présente un rendement de 0,94 % de la matière sèche. L'analyse chimique par CPG-SM de cette HE a permis de recenser 47 composés avec l'abondance des composés monoterpéniques (59,10%), dominés par la présence de Citral (30,47%) et du Limonène (19,81%).

Les essais toxicologiques ont permis de déterminer les concentrations létales de deux biopesticides appliqués par fumigation et par ingestion à l'égard des adultes de *S. granarius*. L'azadirachtine et le citron révèlent une activité insecticide avec une relation dose-réponse. De plus, on note que la combinaison est le traitement le plus efficace suivie de l'azadirachtine et du citron. La toxicité par ingestion est plus importante que celle par fumigation. Le test de répulsion réalisé par la méthode de la zone préférentielle sur papier filtre a permis de mettre en évidence le pouvoir répulsif des deux traitements à l'égard de *S. granarius* avec un effet plus marqué du citron par rapport à l'azadirachtine et la combinaison.

L'évaluation de l'effet de ces biopesticides (CL₂₅ et CL₅₀) sur les biomarqueurs du stress oxydatif, indique que ces derniers induisent l'activation du système de détoxification par le

biais d'une augmentation significative de l'activité des GSTs et de la catalase et une diminution de la GSH au cours de la période testée, 24 et 48 et 72 heures après traitement.

L'étude biochimique montre que les deux biopesticides seuls et combinés appliqués par fumigation et par ingestion, induisent un épuisement des réserves énergétiques (glucides et lipides) et une perturbation du contenu en protéines chez les adultes de *S. granarius*.

Enfin, les résultats du test de persistance ont révélé que la toxicité des biopesticides diminue avec le temps. Par ailleurs, on note que la combinaison du citron et de l'azadirachtine est le traitement qui persiste le plus, suggérant ainsi une action synergique entre les constituants du mélange (*C. limonum* et azadirachtine).

Cette étude offre une opportunité intéressante de développer des bio-insecticides pour une nouvelle stratégie dans le programme de lutte intégrée. Elle ouvre de larges perspectives dans le domaine des connaissances fondamentales d'une part et dans le domaine appliqué d'autre part.

A l'avenir, il serait intéressant de compléter le présent travail en évaluant le pouvoir anti appétant de ce produit, en déterminant la quantité de nourriture ingérée et en dosant les différentes enzymes digestives. De plus, l'effet de ces biopesticides sur le potentiel reproducteur de *S. granarius* et l'évaluation de l'effet des principes actifs (composants majoritaires) de l'huile de citron s'avère indispensable. Enfin la réalisation des tests de qualité des graines conservées avec ces biopesticides est très importante en vue d'établir leur innocuité ou leur toxicité vis-à-vis des mammifères. Il s'agira ici de faire des tests de résidus de ces pesticides en utilisant la technique de la chromatographie pour déceler des substances chimiques qui apparaîtront dans les graines traitées et conservées pendant longtemps.

RESUMES

RESUME

Cette présente étude a pour but de déterminer la composition chimique d'une huile essentielle extraite de *Citrus limonum*, cultivé dans la région de Tébessa (Nord Est Algérie), et d'évaluer la toxicité et la répulsion de deux biopesticides ; l'huile de citron et l'azadirachtine (1%) (anti JH et anti ecdystéroïde) appliquées par ingestion et par fumigation sur les adultes d'un coléoptère ravageur, *S. granarius* L. (Coleoptera: Curculionidae) qui cause des dégâts majeurs au niveau des céréales en Algérie.

Les effets de ces deux biopesticides ont été examinés sur la mortalité, les biomarqueurs enzymatiques (GSTs et Catalase) et non enzymatique (GSH) et les réserves nutritionnelles (protéines, lipides, glucides) chez *S. granarius*. La persistance et la synergie de ces deux biopesticides ont été également déterminées.

Le rendement de l'HE de *C. limonum* obtenue par hydrodistillation, affiche une valeur de 0,94% de la matière sèche. Sa composition chimique déterminée par CPG-SM révèle la présence de 47 composés, avec le **Z**-Citral (30,74%), Limonène (19,81%), et Geranyl propionate (16,28%) comme constituants majoritaires.

Les essais toxicologiques ont révélé l'activité insecticide de ces deux traitements avec une relation dose réponse. La combinaison est plus toxique par rapport à l'azadirachtine et l'HE de *C. limonum* (combinaison > azadirachtine > *C. limonum*). De plus, l'ingestion est le mode d'application le plus efficace par rapport à la fumigation. Le test de répulsion a permis de mettre en évidence le pouvoir répulsif de ces traitements à l'égard de *S. granarius*.

Les biomarqueurs enzymatiques et non-enzymatiques déterminés chez les adultes traités (CL₂₅ et CL₅₀) ont révélé une induction du système de détoxification, traduite par une augmentation de l'activité des GSTs et de la catalase et une diminution du taux de la GSH.

Par ailleurs, l'étude biochimique montre que les traitements réduisent le contenu en protéines et les réserves énergétiques.

Les résultats de l'activité résiduelle révèlent une diminution de la sensibilité des adultes de *S. granarius* aux traitements appliqués, qui se traduit par une réduction de la toxicité enregistrée en fonction du temps d'exposition. La combinaison du citron et de l'azadirachtine est le traitement le plus puissant et le plus persistant comparativement aux autres traitements. Enfin, les rapports de synergie (SR) étaient tous supérieurs à 1, suggérant une interaction synergique significative du mélange.

Mots clés : *Citrus limonum*, Azadirachtine, CPG/SM, *Sitophilus granarius*, Toxicité, Répulsion, Biomarqueurs, Réserves énergétiques, Persistance, Synergie.

ABSTRACT

The present study was conducted in order to determine the chemical composition of the leaf essential oil of *C. limonum*, cultivated in Tebessa (Northeast Algeria) and to assess insecticidal activity and its repellency of two biopesticides; EO of *C. limonum* and Azadirachtin (1%) (anti JH and anti ecdysteroid) applied by fumigation and ingestion on a beetle pest adult, *S. granarius* L. (Coleoptera: Curculionidae) which causes major damage to cereals in Algeria.

The effects of these two biopesticides were examined on the mortality, the enzymatic (GSTs and Catalase) and non-enzymatic (GSH) biomarker and nutritional reserves (proteins, lipids, carbohydrates) in *S. granarius*. The persistence and synergy of these two biopesticides were also determined.

The essential oil contents of *C. limonum* leaves obtained by hydrodistillation were 0.94% of the dry weight. Its chemical compositions investigated by GC/MS revealed the presence of 47 compounds, with Z- Citral (30.74%), Limonene (19.81%) and Geranyl propionate (16.28%) as major components.

Bioassay test revealed the insecticidal activity of these two treatments with dose-response relationship. Moreover, combination is more toxic compared to azadirachtin and *C. limonum* EO (Combination > AZAD > *C. limonum*). In addition, ingestion is the most effective mode of application compared to fumigation. The repulsion test demonstrated the repellence activity of these treatments against *S. granarius*.

The enzymatic and non-enzymatic biomarkers performed in treated adults (LC₂₅ and LC₅₀) revealed an induction of the detoxification system, reflected by an increase in the activity of GSTs and catalase and a decrease in GSH rate.

In addition, biochemical study showed that the treatment reduced protein content and energy reserves.

The results of the residual activity show a decrease in the sensitivity of *S. granarius* adults to the applied treatments, traduced by reduction in the recorded toxicity as function of exposure time.

The mixture of citrus and azadirachtin is the most potent and persistent treatment compared to other treatments. Finally, the synergy ratios (SR) were all higher than 1, suggesting a significant synergistic interaction of the mixture.

Keywords: *Citrus limonum*, Azadirachtin, GC/MS, *Sitophilus granarius*, Toxicity, Repulsion, Biomarkers, Energy reserves, Persistence, Synergy.

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى تحديد التركيبة الكيميائية للزيت الأساسي المستخلص من أوراق الليمون المزروعة في منطقة تبسة (شمال شرق الجزائر)، وتقييم السمية والتنافر لمبيدين حيويين للزيت الأساسي للليمون والازاديراكيتين عن طريق الهضم والتبخير؛ ضد نوع من أنواع ثاقبات الحبوب الصغرى، أهم متسبب في أضرار الحبوب في الجزائر.

تأثيرات هذه المبيدات تم فحصها على موت البالغين، والمؤشرات الحيوية الأنزيمية وغير الأنزيمية، المخزون الطاقوي (الدهون، والكربوهيدرات) وكمية البروتينات. نشاط الثبات على مدى الوقت والتعاضد المحتمل بين هذه المبيدات الحيوية.

الزيت الأساسي المستخلص من أوراق الليمون المتحصل عليه عن طريق التقطير المائي يظهر مردود قيمته 0.94% من المادة الجافة. كشف التحليل الكيميائي لهذا الزيت على وجود 47 مكونا مع توفر

Geranyl propionate (16.28%) و Z- Citral (30.74%), Limonene (19.81%)

كمكونات سائدة في الليمون.

أظهرت اختبارات السمية أن هذه المبيدات تمتلك خصائص مبيدات حشرية وأن الخليط هو الأكثر فعالية مقارنة بالزيت المستخلص من الليمون والازاديراكيتين كما أن السمية عن طريق الهضم أكثر فعالية من التبخير. تم اختبار التنافر الذي أثبت وجود فعالية طارئة لهذه المبيدات ضد *S. granarius*.

تكشف المؤشرات الحيوية الأنزيمية وغير الأنزيمية عند فئة البالغين المعالجين بالزيت الأساسي والازاديراكيتين تحفيز نظام إزالة السموم بواسطة زيادة في GSTs and catalase ونقصان في GSH

أظهرت الدراسة البيوكيميائية أن المبيدات المختبرة تنقص من محتوى البروتينات، والمخزون الطاقوي عند البالغين. كما أظهرت نتائج النشاط الثباتي انخفاضاً في حساسية البالغين *S. granarius* للمبيدات المطبقة، ويعكس هذا التدهور انخفاض في السمية المسجلة خلال فترة الاختبار. وتبين أن الخليط كان الأقوى والأكثر ثباتاً خلال فترة التقييم. أخيراً، كانت نسب التآزر (SR) أعلى من 1، مما يشير إلى تفاعل تآزري كبير للخليط.

الكلمات المفتاحية: *Citrus limonum*، GC/MS، أزاديراكيتين، *Sitophilus granarius*، سمية

طرد، المؤشرات الحيوية، المخزون الطاقوي، الثبات، التآزر

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A

- Abbott, W. B. (1925).** A method of computing the effectiveness of an insecticide. *Journal of Economic Entomology*. 18(2): 265-267.
- 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.
- Abdelgaleil, S. A., Mohamed, M. I., Shawir, M. S. & Abou-Taleb, H. K. (2016).** Chemical composition, insecticidal and biochemical effects of essential oils of different plant species from Northern Egypt on the rice weevil, *Sitophilus oryzae* L. *Journal of Pest Science*. 89(1): 219-229.
- Abdellah, K., Ait-Aider, F., Labdaoui, K., Moula, D., Ouendi, K., Hamadi, N., Ouramdane, A., Frérot, B. & Mellouk, M. (2010).** Biological activity of ten essential oils against cowpea beetle, *Callosobruchus maculatus* Fabricius (Coleoptera : Bruchidae). *International Journal of Integrative Biology*. 10: 86-89.
- Abdullah, S. W., Ahmed, K. S. D. & Khidher, K. Q. (2018).** Plant essential oils as grain protectants against *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera : Bostrichidae) during storage. *Tikrit Journal of Pure Science*. 23(2): 41-44.
- Abedi, Z., Saber, M., Vojoudi, S., Mahdavi, V., Parsaeyan, E. & Ottea, J. (2014a).** Acute, sublethal, and combination effects of azadirachtin and *Bacillus thuringiensis* on the cotton bollworm, *Helicoverpa armigera*. *Journal of Insect Science*. 14(1): 30-30.
- Abedi, Z., Saber, M., Gharekhani, G., Mehrvar, A. & Kamita, S. G. (2014b).** Lethal and sublethal effects of azadirachtin and cypermethrin on *Habrobracon hebetor* (Hymenoptera : Braconidae). *Journal of Economic Entomology*. 107(2): 638-645.
- Abou-Taleb, H. K., Mohamed, M. I., Shawir, M. S. & Abdelgaleil, S. A. (2016).** Insecticidal properties of essential oils against *Tribolium castaneum* (Herbst) and their inhibitory effects on acetylcholinesterase and adenosine triphosphatases. *Natural Product Research*. 30(6): 710-714.
- Adams, R. P. (2001).** Identification of essential oil components by Gas Chromatography/Quadrupole Mass Spectroscopy. Carol Stream, IL., USA: Allured publishing corporation.

- Addea-Mensah, I. (1998).** The uses of the neem (*Azadirachta indica*) in Ghana and their relations of the chemical constituents and biological activities. In Proc. seminar held Dodowa: the potentials of the neem trees in Ghana. 11-26.
- Adeyi, A. O., Akozi, G. O., Adeleke, M. A., Agbaogun, B. K. O. & Idowu, A. B. (2015).** Induction and activity of glutathione S-transferases extracted from *Zonocerus variegatus* (Orthoptera: Pyrgomorphidae) exposed to insecticides. International Journal of Tropical Insect Science. 35(1): 27-33.
- 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.
- Adusei-Mensah, F., Inkum, E., Mawuli Agbale, C. & Eric, A. (2014).** Comparative Evaluation of the insecticidal and insect repellent properties of the volatile oils of *Citrus aurantifolia* (Lime), *Citrus sinensis* (Sweet Orange) and *Citrus limon* (Lemon) on *Camponotus nearcticus* (Carpenter Ants). International Journal of Novel Research. In interdisciplinary Studies. 1: 1-25.
- Afful, E., Elliott, B., Nayak, M. K. & Phillips, T. W. (2018).** Phosphine resistance in North American field populations of the lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae). Journal of Economic Entomology. 111(1): 463-469.
- Ahmad, M. M., Rehman, S. U., Anjum, F. M. & Bajwa, E. E. (2006).** Comparative physical examination of various citrus peel essential oils. International Journal of Agriculture and Biology. 8(2): 186- 90.
- Ahmad, N., Ansari, M. S. & Hasan, F. (2012).** Effects of neem based insecticides on *Plutella xylostella* (Linn.). Crop Protection. 34: 18-24.
- Ahmad, S., Ansari, M. S. & Muslim, M. (2015).** Toxic effects of neem based insecticides on the fitness of *Helicoverpa armigera* (Hübner). Crop Protection. 68: 72-78.
- Ahmad, L. (2016).** Stockage des céréales: L'Algérie doit développer ses capacités de stockage.http://www.lemaghreb.dz.com/?page=detail_actualite &rubrique=Agriculture &id=79331.
- Aidi Wannes, W. (2011).** Caractérisation biochimique des différents organes de deux variétés de myrte : *Myrtus communis* var. *baetica* et *Myrtus communis* var. *italica* et

- évaluation de leur activité antioxydante. Thèse de Doctorat en Biologie, Université de Sfax, Faculté des Sciences de Sfax, 212 p.
- Ainane, A., Khammour, F., Charaf, S., Elabboubi, M., Elkouali, M., Talbi, M., Benhima, R., Cherroud, S., Ainane, T. (2019).** Chemical composition and insecticidal activity of five essential oils: *Cedrus atlantica*, *Citrus limonum*, *Rosmarinus officinalis*, *Syzygium aromaticum* and *Eucalyptus globules*. *Materials Today*. 13: 474-485.
- Akami, M., Niu, C., Chakira, H., Chen, Z., Vi, T. & Nukenine, E. N. (2016).** Persistence and comparative pesticidal potentials of some constituents of *Lippia adoensis* (Hochst. ex Walp.) (Lamiales: Verbenaceae) essential oil against three life stages of *Callosobruchus maculatus* (Fab.) (Coleoptera: Bruchidae). *British Biotechnology Journal*. 13(4): 1-16.
- 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.
- Ali, A. M., Mohamed, D. S., Shaurub, E. H. & Elsayed, A. M. (2017).** Antifeedant activity and some biochemical effects of garlic and lemon essential oils on *Spodoptera littoralis* (Bois du val) (Lepidoptera : Noctuidae). *Journal of Entomology and Zoology Studies*. 3: 1476-1482.
- Alzouma, I. (1990).** Les problèmes de la post-récolte en Afrique sahélienne. Actes du Séminaire International de la Post Récolte en Afrique. Abidjan, Côte d'Ivoire. 29: 22-27.
- Andreu J., Albert S. & Magi R. (2000).** Antifeedant activity of fruit and seed extracts of *Melia azedarach* and *Azadirachta indica* on larvae of *Sesamia nonagrioides*. *Phytoparasitica*. 28(4): 311-319.

- Anjum, S. I., Yousf, M. J., Ayaz, S. & Siddiqui, B. S. (2010).** Toxicological evaluation of chlorpyrifos and Neem extract (Biosal B) against 3RD instars larvae of *Drosophila melanogaster*. Journal of Animal and Plant Sciences. 20(1): 9-12.
- Anwar, F., Ali, M., Hussain, A. I. & Shahid, M., (2009).** Antioxidant and antimicrobial activities of essential oils and extracts of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seeds from Pakistan. Flavour and Fragrance Journal. 24: 170-176.
- Aoues, K., Boutoumi, H. & Benrima, A. (2017).** Etat phytosanitaire du blé dur locale stocké en Algérie. Revue Agrobiologia. 7(1): 286-296.
- Aref, S. P. & Valizadegan, O. (2015).** Fumigant toxicity and repellent effect of three Iranian Eucalyptus species against the lesser grain beetle, *Rhyzopertha Dominica* (F.) (Col. : Bostrichidae). Journal of Entomology and Zoology Studies. 3(2): 198-202.
- Aribi, N., Denis, B., Kilani-Morakchi, S. & Joly, D. (2020).** L'C, un pesticide naturel aux effets multiples. médecine/sciences, EDP Sciences. 36 (1): 44-49.
- Arrese, E. L. & Soulages, J. L. (2010).** Insect fat body: energy, metabolism, and regulation. Annual Review of Entomology. 55: 207-225.
- Aryani, D. S. & Auamcharoen, W. (2016).** Repellency and contact toxicity of crude extracts from three Thai plants (Zingiberaceae) against maize grain weevil, *Sitophilus zeamais* (Motschulusky) (Coleoptera : Curculionidae). Journal of Biopesticides. 9(1): 52-62.
- Askar, S., Al-Assal, M. & Nassar, A. (2016).** Efficiency of some essential oils and insecticides in the control of some *Sitophilus* insects (Coleoptera : Curculionidae). Egyptian Journal of Plant Protection Research. 4: 39-55.
- Athanassiou, C. G., Kavallieratos, N. G., Benelli, G., Losic, D., Rani, P. U. & Desneux, N. (2018).** Nanoparticles for pest control : Current status and future perspectives. Journal of Pest Science. 91(1): 1-15.
- Ayvaz, A., Karaborklu, S. & Sagdic, O. (2009).** Fumigant toxicity of five essential oils against the eggs of *Ephestia kuehniella* Zeller and *Plodia interpunctella* (Hubner) (Lepidoptera : Pyralidae). Asian Journal of Chemistry. 21: 596-604.

B

- Badiou-Bénéteau, A., Carvalho, S. M., Brunet, J.-L., Carvalho, G. A., Buleté, A., Giroud, B. & Belzunces, L. P. (2012).** Development of biomarkers of exposure to xenobiotics in the honey bee *Apis mellifera* : Application to the systemic insecticide thiamethoxam. Ecotoxicology and Environmental Safety. 82: 22-31.

- Baki, M. A., Akhtar, N., Rahman, M. M., Islam, M. N., Hossain, M., Islam, N., Alam, M. K., Islam, R., Khatun, N. A. & Mondal, K. (2005).** Synergistic action of *Wedelia calendulacea* Less. Plant extracts with *Lamda cyhalothrin* on adult red flour beetle *Tribolium castaneum* Herbst. *Journal of Agronomy*. 4(1):18-22.
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D. & Idaomar, M. (2008).** Biological effects of essential oils-a review. *Food and chemical toxicology*. 46(2): 446-475.
- Banken, J. A. & Stark, J. D. (1997).** Stage and age influence on the susceptibility of *Coccinella septempunctata* (Coleoptera: Coccinellidae) after direct exposure to Neemix, a neem insecticide. *Journal of Economic Entomology*. 90(5): 1102-1105.
- Barbaro, G., Lorenzo, G. D., Soldini, M., Bellomo, G., Belloni, G., Grisorio, B. & Barbarini, G. (1997).** Vagal system impairment in human immunodeficiency virus-positive patients with chronic hepatitis C : Does hepatic glutathione deficiency have a pathogenetic role?. *Scandinavian Journal of Gastroenterology*. 32(12): 1261-1266.
- Batish, D. R., Singh, H. P., Kohli, R. K. & Kaur, S. (2008).** Eucalyptus essential oil as a natural pesticide. *Forest Ecology and Management*. 256 (12): 2166-2174.
- Beaudoin, A. R. & Lemonde, A. (1970).** Évolution des glycérides et des acides gras durant la croissance et la métamorphose de *Tribolium confusum*. *Journal of Insect Physiology*. 16(10): 1845-1853.
- 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.
- Beenackers, A. M., Van der Horst, D. J. & Van Marrewijk, W. J. (1985).** Insect lipids and lipoproteins, and their role in physiological processes. *Progress in Lipid Research*. 24(1): 19-67.
- Belletti, N., Ndagijimana, M., Sisto, C., Guerzoni, M. E., Lanciotti, R. & Gardini, F. (2004).** Evaluation of the antimicrobial activity of citrus essences on *Saccharomyces cerevisiae*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 52(23): 6932-6938.
- Ben Hsouna, A. B., Halima, N. B., Smaoui, S. & Hamdi, N. (2017).** *Citrus lemon* essential oil: Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities with its preservative effect against *Listeria monocytogenes* inoculated in minced beef meat. *Lipids in health and disease*. 16(1): 146:1-11.
- Ben-Jemâa, J. M. B., Haouel, S., Bouaziz, M. & Khouja, M. L. (2012).** Seasonal variations in chemical composition and fumigant activity of five Eucalyptus essential oils against

- three moth pests of stored dates in Tunisia. *Journal of Stored Products Research*. 48: 61-67.
- Ben Miri, Y., Arino, A. & Djenane, D. (2018).** Study of antifungal, anti-aflatoxicogenic, antioxidant activity and phytotoxicity of Algerian *Citrus limon* var. Eureka and *Citrus sinensis* var. Valencia essential oils. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*. 21(2): 345-361.
- Bendimerad, N., Taleb Bendiab, S. A., Benabadji, A. B., Fernandez, X., Valette, L. & Lizzani-Cuvelier, L. (2005).** Composition and antibacterial activity of *Pseudocytisus integrifolius* (Salisb.) essential oil from Algeria. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53(8). 2947-2952.
- Bernhardt, R. (2006).** Cytochromes P450 as versatile biocatalysts. *Journal of Biotechnology*. 124(1): 128-145.
- Bertuzzi, G., Tirillini, B., Angelini, P. & Venanzoni, R. (2013).** Antioxidative action of *Citrus limonum* essential oil on skin. *European Journal of Medicinal Plants*. 3(1):1-9.
- Besard, L., Mommaerts, V., Abdu-Alla, G. & Smaghe, G. (2011).** Lethal and sublethal side-effect assessment supports a more benign profile of spinetoram compared with spinosad in the bumblebee *Bombus terrestris*. *Pest Management Science*. 67(5): 541-547.
- Bezzar-Bendjazia, R., Kilani-Morakchi, S. & Aribi, N. (2016).** Growth and molting disruption effects of azadirachtin against *Drosophila melanogaster* (Diptera : Drosophilidae). *Journal of Entomology and Zoology Studies*. 4(1): 363-368.
- 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.
- Bipin, L. (2019).** Nano-biopesticides today and future perspectives. Elsevier, London.
- Blackwell, A., Stuart, A.E. & Estambale, B.A. (2003).** The repellent and antifeedant activity of oil of *Myrica gale* against *Aedes aegypti* mosquitoes and its enhancement by the addition of salicylic acid. *Proceedings of the Royal College of Physicians of Edinburgh*. 33: 209-214.
- Board, P. G. & Menon, D. (2013).** Glutathione transferases, regulators of cellular metabolism and physiology. *Biochimica et Biophysica Acta (Bba)-General Subjects*. 1830(5): 3267-3288.

- Boelens, M. H. (1991).** A critical review on the chemical composition of citrus oils. *Perfumer and flavorist*. 16(2): 17-34.
- Boodram, R. & Khan, A. (2019).** Bioactivity of *Citrus aurantifolia*, *Citrus limon* and *Piper nigrum* essential oils on *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). *Journal of Biopesticides*. 12(1): 76-82.
- Borzoui, E., Naseri, B., Abedi, Z. & Karimi-Pormehr, M. S. (2016).** Lethal and Sublethal Effects of essential oils from *Artemisia khorassanica* and *Vitex pseudo-negundo* against *Plodia interpunctella* (Lepidoptera : Pyralidae). *Environmental Entomology*. 45(5): 1220-1226.
- Boughdad, A., Elkasimi, R. & Kharchafi, M. (2011).** Activité biologique des huiles essentielles de *Mentha* sur *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera, Bruchidae). Neuvième Conférence Internationale sur les Ravageurs en Agriculture, Montpellier.
- Boughendjioua, H. & Djeddi, S. (2014).** Biological activity of lemon essential oil used for skin care. *European Journal of Scientific Research*. 219-226.
- Bouguerra, N. (2019).** Efficacité comparée des extraits de deux plantes, *Thymus vulgaris* et *Origanum vulgare* à l'égard d'une espèce de moustique, *Culex pipiens* : Composition chimique, Toxicité, Biochimie et Biomarqueurs. Thèse de Doctorat en Sciences. Spécialité : Biologie Animale. Université Larbi Tébessi, Tébessa, 137p.
- Boulahbel, B., Aribi, N., Kilani-Morakchi, S. & Soltani, N. (2015).** Insecticidal activity of azadirachtin on *Drosophila melanogaster* and recovery of normal status by exogenous 20-hydroxyecdysone. *African Entomology*. 23(1): 224-234.
- Bounous, G. & Gold, P. (1991).** The biological activity of undenatured dietary whey proteins : Role of glutathione. *Clinical and Investigative Medicine*. 14(4): 296-309.
- 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*. 2012: 1-10.
- Bousbia, N. (2011).** Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Thèse de Doctorat en sciences. Spécialité : Chimie. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse and Ecole Nationale Supérieure Agronomique, 128p.
- Boyer, S. (2006).** Résistance métabolique des larves de moustiques aux insecticides : Conséquences environnementales. Thèse de Doctorat en sciences. Spécialité : Biologie. Université Joseph Fourier-Grenoble I, 78 p.

Bradford, M. 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.

Brown, M. & Hebert, A. A. (1997). Insect repellents : An overview. *Journal of the American Academy of Dermatology*. 36(2): 243-249.

C

Caballero-Gallardo, K., Olivero-Verbel, J. & Stashenko, E. E. (2011). Repellent activity of essential oils and some of their individual constituents against *Tribolium castaneum* Herbst. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 59(5): 1690-1696.

Caboni, P., Cabras, M., Angioni, A., Russo, M. & Cabras, P. (2002). Persistence of azadirachtin residues on olives after field treatment. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 50(12): 3491-3494.

Campolo, O., Malacrino, 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.

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.

Campos, E. V., de Oliveira, J. L., Pascoli, M., de Lima, R. & Fraceto, L. F. (2016). Neem oil and crop protection: from now to the future. *Frontiers in Plant Science*. 7: (1494): 1-8.

Capinera, J. L. & Froeba, J. G. (2007). Behavioral responses of *Schistocerca americana* (Orthoptera : Acrididae) to azadirachtin (neem)-treated host plants. *Journal of Economic Entomology*. 100(1): 117-122.

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.

Carroll, J. F., Tabanca, N., Kramer, M., Elejalde, N. M., Wedge, D. E., Bernier, U. R., Coy, M., Becnel, J. J., Demirci, B. & Başer, K. H. C. (2011). Essential oils of *Cupressus funebris*, *Juniperus communis*, and *J. chinensis* (Cupressaceae) as

- repellents against ticks (Acari : Ixodidae) and mosquitoes (Diptera: Culicidae) and as toxicants against mosquitoes. *Journal of Vector Ecology*. 36(2): 258-268.
- 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.
- Caswell, G.H. (1968).** The storage of cowpea in Northern States of Nigeria. *Journal of proceedings of the Agricultural Economics Society. Niger*. 5: 4-5.
- Cato, A., Afful, E., Nayak, M. K. & Phillips, T. W. (2019).** Evaluation of knockdown bioassay methods to assess phosphine resistance in the red flour beetle, *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera : Tenebrionidae). *Insects*. 10(5):140-151.
- Cédric, P. (2008).** Interactions entre insecticides non pyrétrinoïdes et répulsifs pour la lutte contre *Anopheles gambiae* : Mécanismes, efficacité et impact sur la sélection de la résistance. Thèse pour l'obtention du Diplôme de Doctorat. Spécialité : Parasitologie. Université de Montpellier I, 65 p.
- Cetin, H. & Yanikoglu, A. (2006).** A study of the larvicidal activity of *Origanum* (Labiatae) species from southwest Turkey. *Journal of Vector Ecology*. 31(1): 118-122.
- Chakrabarti, P., Rana, S., Sarkar, S., Smith, B. & Basu, P. (2015).** Pesticide-induced oxidative stress in laboratory and field populations of native honey bees along intensive agricultural landscapes in two Eastern Indian states. *Apidologie*. 46(1): 107-129.
- Chang, P. F.Z., Walter, J. F. & Harris, J. R. (1997).** Synergistic use of azadirachtin and pyrethrum. *United States Patent*. 5:679-662.
- Chapman, R. F. & Chapman, R. F. (1998).** *The insects : Structure and function*. Cambridge University Press.
- Chaubey, M. K. (2012).** Acute, lethal and synergistic effects of some terpenes against *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera : Tenebrionidae). *Ecologia Balkanica*. 4(1): 53-62.
- Chelvanayagam, G., Parker, M. W. & Board, P.G. (2001).** Fly fishing for GSTs : A unified nomenclature for mammalian and insect glutathione transferases. *Chemico Biological Interactions*. 133: 256-260.
- Chen, Z. Y., Guo, S. S., Cao, J. Q., Pang, X., Geng, Z. F., Wang, Y. & Du, S. S. (2018).** Insecticidal and repellent activity of essential oil from *Amomum villosum* Lour. and its

- main compounds against two stored-product insects. *International Journal of Food Properties*. 21(1): 2265-2275.
- Chiang, F.M. & Sun, C.N. (1993).** Glutathione transferase isozymes of diamondback moth larvae and their role in the degradation of some organophosphorus insecticides. *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 45(1): 7-14.
- Chippendale, G. M. (1970).** Metamorphic changes in fat body proteins of the southwestern corn borer, *Diatraea grandiosella*. *Journal of Insect Physiology*. 16(6): 1057-1068.
- Chutia, M., Deka Bhuyan, P., Pathak, M. G., Sarma, T. C. & Boruah, P. (2009).** Antifungal activity and chemical composition of *Citrus reticulata* Blanco essential oil against phytopathogens from North East India, *LWT-Food Science and Technology*. 42(3): 777-780.
- Claiborne, A. 1985.** Catalase activity. In: Greenwald, R.A. (Ed). *CRC Handbook of Methods for Oxygen Radical Research*. CRC Press, Boca Raton, Florida, U.S.A. 283-284.
- Clark, A. G. (1989).** The comparative enzymology of the glutathione S-transferases from non-vertebrate organisms. *Comparative Biochemistry and Physiology Part B: Comparative Biochemistry*. 92(3): 419-446.
- Clements, A. N. (1992).** The biology of mosquitoes. In: *Development, Nutrition and Reproduction*. Vol 1 Chapman and Hall, London.
- Cohen, E. (2010).** Chapter 2 - Chitin Biochemistry: Synthesis, Hydrolysis and Inhibition. *Advances in Insect Physiology*. Academic Press. 38: 5-74.
- Cosimi, S., Rossi, E., Cioni, P. L. & Canale, A. (2009).** Bioactivity and qualitative analysis of some essential oils from Mediterranean plants against stored-product pests: Evaluation of repellency against *Sitophilus zeamais* Motschulsky, *Cryptolestes ferrugineus* (Stephens) and *Tenebrio molitor* (L.). *Journal of Stored Products Research*. 45(2): 125-132.
- Cseke, L.J., Kirakosyan, A., Kaufman, P.B., Warber, S., Duke, J.A. & Brielmann, H.L. (1999).** *Natural products from plants* Second edition. CRC, London, Newyork. 551p.
- Czerniewicz, P., Chrzanowski, G., Sprawka, I. & Sytykiewicz, H. (2018).** Aphicidal activity of selected Asteraceae essential oils and their effect on enzyme activities of the green peach aphid, *Myzus persicae* (Sulzer). *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 145: 84-92.

- Daborn, P. J., Lumb, C., Boey, A., Wong, W. & Batterham, P. (2007).** Evaluating the insecticide resistance potential of eight *Drosophila melanogaster* cytochrome P450 genes by transgenic over-expression. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*. 37(5): 512-519.
- 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.
- Debboun, M., Frances, S.P. & Strickman, D.A. (2015).** *Insect Repellents Handbook* (2nd Ed.). xvi+382pp. CRC Press, Boca Raton, London, New York.
- Debuigne, G. & Couplan, F. (2006).** *Petit Larousse des plantes qui guérissent*. Editions Larousse, Paris.
- Denardi, S. E., Bechara, G. H., de Oliveira, P. R. & Camargo-Mathias, M. I. (2010).** *Azadirachta indica* A. Juss (neem) induced morphological changes on oocytes of *Rhipicephalus sanguineus* (Latreille, 1806) (Acari: Ixodidae) tick females. *Experimental Parasitology*. 126(4): 462-470.
- Denloye, A., Makanjuola, W., Teslim, O., Alafia, O., Kasali, A. & Eshilokun, A. (2010).** Toxicity of *Chenopodium ambrosioides* L. (Chenopodiaceae) products from Nigeria against three storage insects. *Journal of Plant Protection Research*. 50 (3): 379-384.
- de Oliveira, A. R. M. (2011).** Análise enantiosseletiva de fármacos e metabólitos empregando eletroforese capilar. *Scientia Chromatographica*. 3: 231-247.
- Dere, B., Altuntaş, H. & Nurulloğlu, Z. U. (2015).** Insecticidal and oxidative effects of azadirachtin on the model organism *Galleria mellonella* L. (Lepidoptera : Pyralidae). *Archives of Insect Biochemistry and Physiology*. 89(3): 138-152.
- Dermauw, W. & Van Leeuwen, T. (2014).** The ABC gene family in arthropods : Comparative genomics and role in insecticide transport and resistance. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*. 45: 89-110.
- 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.
- Djermoun, A. (2009).** La production céréalière en Algérie: Les principales caractéristiques. *Revue Nature et Technologie*. 1: 45-53.

- Döring, B. & Petzinger, E. (2014).** Phase 0 and phase III transport in various organs : Combined concept of phases in xenobiotic transport and metabolism. *Drug Metabolism Reviews*. 46(3): 261-282.
- 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.
- Dris, D. (2018).** Etude de l'activité larvicide des extraits de trois plantes *Mentha piperita*, *Lavandula dentata* et *Ocimum basilicum* sur les larves de deux espèces de moustiques *Culex pipiens* (Linné) et *Culiseta longiareolata*. (Aitken). Thèse de Doctorat en Sciences. Spécialité : Biologie Animale. Université Badji Mokhtar, Annaba, 140 p.
- Droby, S., Eick, A., Macarasin, D., Cohen, L., Rafael, G., Stange, R., McColum, G., Dudai N., Nasser, A., Wisniewski, M., Shapira, R. (2008).** Role of citrus volatiles in host recognition, germination and growth of *Penicillium digitatum* and *Penicillium italicum*. *Postharvest Biology and Technology*. 49(3): 386-396.
- Droge, W. (2002).** Free radicals in the physiological control of cell function. *Physiological Reviews*. 82(1): 47-95.
- Duchateau, G. & Florkin, M. (1959).** Sur la tréhalosémie des insectes et sa signification. *Archives Internationales de Physiologie et de Biochimie*. 67(2): 306-314.

E

- Ebadollahi, A., Safaralizadeh, M. & Pourmirza, A. (2010).** Fumigant toxicity of *Lavandula stoechas* L. oil against three insect pests attacking stored products. *Journal of Plant Protection Research*. 50(1): 56-60.
- Ebadollahi, A. (2011).** Antifeedant activity of essential oils from *Eucalyptus globulus* Labill and *Lavandula stoechas* L. on *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera : Tenebrionidae). *Biharean Biologist*. 5(1): 8-10.
- 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.
- Ebrahimifar, J., Jamshidnia, A., Sadeghi, R. & Ebadollahi, A. (2020).** Repellency of *Ferulago angulata* (Schlecht.) Boiss essential oil on two major stored-product insect pests without effect on wheat germination. International Journal of Tropical Insect Science. 1-7.
- El Makarem, H. A., El Kholy, S., Abdel-Latif, A. & Seif, A. (2017).** Effect of some botanical oils on the granary weevil, *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera: Curculionidae). The Egyptian Journal of Experimental Biology (Zoology). 13(2): 273-282.
- El-akhal, F., Greche, H., Chahdi, F., Guemmouh, R. & El Ouali Lalami, A. (2015).** Chemical composition and larvicidal activity of *Culex pipiens* essential oil of *Thymus vulgaris* grown in Morocco. Journal of Materials and Environmental Science. 6: 214-219.
- El-akhal, F., Guemmouh, R., Maniar, S., Taghzouti, K. & Lalami, A. E.O. (2016).** Larvicidal activity of essential oils of *Thymus vulgaris* and *Origanum majorana* (Lamiaceae) against of the malaria vector *Anopheles labranchiae* (Diptera: Culicidae). International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences. 8(3): 372-376.
- El-Aziz, A., Mona, F. & El-Sayed, Y. A. (2009).** Toxicity and biochemical efficacy of six essential oils against *Tribolium confusum* (du val) (Coleoptera: Tenebrionidae). Egyptian Academic Journal of Biological Sciences. A, Entomology. 2(2): 1-11.
- El-Bermawy, S. M. & Fattah, H. (2000).** Changes in protein electrophoretic pattern of *Tribolium confusum* 4th instar larvae after treatment with volatile plant oil (Vetiver). Journal-Egyptian German Society of Zoology. 31: 167-182.
- Enayati, A. A., Ranson, H. & Hemingway, J. (2005).** Insect glutathione transferases and insecticide resistance. Insect Molecular Biology. 14(1): 3-8.
- Er, A., Taşkıran, D. & Sak, O. (2017).** Azadirachtin-induced effects on various life history traits and cellular immune reactions of *Galleria mellonella* (Lepidoptera: Pyralidae). Archives of Biological Sciences. 69(2): 335-344.
- Erland, L. A., Rheault, M. R. & Mahmoud, S. S. (2015).** Insecticidal and oviposition deterrent effects of essential oils and their constituents against the invasive pest

Drosophila suzukii (Matsumura) (Diptera : Drosophilidae). Crop Protection. 78: 20-26.

Esmaili, A. & Asgari, A. (2015). In vitro release and biological activities of *Carum copticum* essential oil (CEO) loaded chitosan nanoparticles. International Journal of Biological Macromolecules. 81: 283-290.

Espina, L., Somolinos, M., Lor'an, S., Conchello, P., Garcia, D. & Pag'an, R. (2011). Chemical composition of commercial citrus fruit essential oils and evaluation of their antimicrobial activity acting alone or in combined processes. Food Control. 22: 896-902.

Ezeonu, F. C., Chidume, G. I. & Udedi, S. C. (2001). Insecticidal properties of volatile extracts of orange peels. Bioresource Technology. 76(3): 273-274.

F

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 Agriculture. Science and Technology. 14(5): 1035-1042.

Faucon, M. (2017). Traité d'aromathérapie scientifique et médicale, les huiles essentielles : Fondements et aide à la prescription. Éditions Sang de la terre, 960 p.

Feng, R. Y., Chen, W. K. & Isman, M. B. (1995). Synergism of malathion and inhibition of midgut esterase activities by an extract from *Melia toosendan* (Meliaceae). Pesticide Biochemistry and Physiology. 53(1): 34-41.

Ferhat, M. A. (2007). Extraction sans solvant assistée par micro-ondes des huiles essentielles des citrus d'Algérie. Compréhension, application et valorisation. Thèse de Doctorat en chimie. Spécialité : Chimie Organique Appliquée. Université des Sciences et de La Technologie Houari Boumediene, 156p.

Fisher, K., Rowe, C. & Phillips, C. A. (2007). The survival of three strains of *Arcobacter butzleri* in the presence of lemon, orange and bergamot essential oils and their components in vitro and on food. Letters in Applied Microbiology. 44(5): 495-499.

Fleurat-Lessard, F. (1982). Les insectes et les acariens. In Multon, JL (ed.) "Conservation et stockage des grains et graines et produits dérivés". Lavoisier, Paris. 2: 394-436.

Foua-Bi, K. (1989). Les problèmes de la post-récolte en Afrique: Etat actuel-Perspective d'avenir. Céréales en Régions Chaudes : Conservation et Transformation. 22-26.

- Foua-Bi, K. (1992).** Préambule. La post-récolte en Afrique: Actes du Séminaire International de la Post-Récolte en Afrique, Abidjan, Côte d'Ivoire 29 jan - 1er fév. Montmagny. Apelf-Uref. 152-154.
- Francikowski, J., Baran, B., Cup, M., Janiec, J. & Krzyżowski, M. (2019).** Commercially available essential oil formulas as repellents against the stored-product pest *Alphitobius diaperinus*. *Insects*. 10(4): 2-11.
- Fuselli, S. R., de la Rosa, S. B. G., Eguaras, M. J. & Fritz, R. (2008).** Chemical composition and antimicrobial activity of Citrus essences on honeybee bacterial pathogen *Paenibacillus larvae*, the causal agent of American foulbrood. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*. 24(10): 2067-2072.

G

- Gäde, G. (2004).** Regulation of intermediary metabolism and water balance of insects by neuropeptides. *Annual Reviews in Entomology*. 49(1): 93-113.
- Gallo, D., Nakano, O., Silveira Neto, S., Carvalho, R. P. L., Baptista, G. D., Berti Filho, E. & Marchini, L. C. (2002).** *Entomologia Agrícola*. Piracicaba : FEALQ, 920 p.
- Gancel, A. L., Ollitrault, P., Froelicher, Y., Tomi, F., Jacquemond, C., Luro, F. & Brillouet, J. M. (2005).** Leaf volatile compounds of six citrus somatic allotetraploid hybrids originating from various combinations of lime, lemon, citron, sweet orange, and grapefruit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53(6): 2224-2230.
- Gannagé-Yared, M. H., Khneisser, I., Salem, N., Gouyette, A., Loiselet, J., Halaby, G. & Massade, L. (1998).** Glutathion et glutathion S-transférase sanguins et leucocytaires : Relation avec la cholestérolémie chez des volontaires sains. *Annales de Biologie Clinique*. 56(3): 321-7.
- Gauvin, M. J., Bélanger, A., Nébié, R. & Boivin, G. (2003).** *Azadirachta indica*: l'azadirachtine est-elle le seul ingrédient actif ? *Phytoprotection*. 84(2): 115-119.
- George, S. G. (1994).** Enzymology and molecular biology of phase II xenobiotic conjugating enzymes in fish. In: Malins, D.C., Ostrander, G. K. *Aquatic Toxicology Molecular Biochemical and Cellular. Perspectives* Lewis, Boca Raton, FL. 37-85.
- Ghoneim, K. S., Al-Dali, A. G. & Abdel-Ghaffar A. A. (2003).** Effectiveness of lufenuron (CGA184699) and difenolan (CGA-59205) on the general body metabolism of the red palm weevil, *Rhynchophorus ferrugineus* (Curculionidae: Coleoptera). *Pakistan Journal of Biological Sciences*. 6(13): 1125-1129.

- Ghoorchibeigi, M., 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(1): 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.
- Goldsworthy, G. J., Mordue, W. & Guthkelch, J. (1972).** Studies on insect adipokinetic hormones. *General and Comparative Endocrinology*. 18(3): 545-551.
- González-Coloma, A., Martin-Benito, D., Mohamed, N., Garcia-Vallejo, M. C. & Soria, A. C. (2006).** Antifeedant effects and chemical composition of essential oils from different populations of *Lavandula luisieri* L. *Biochemical Systematics and Ecology*. 34(8): 609-616.
- Goudoum, A., Tinkeu, L. S. N., Ngassoum, M. B. & Mbofung, C. M. (2013).** Persistence of active compounds of essential oils of *Clausena anisata* (Rutaceae) and *Plectranthus glandulosus* (Labiatae) used as insecticides on maize grains and flour. *African Journal of Food, Agriculture, Nutrition and Development*. 13(1): 7325-7338.
- Gowri, M. D., Sundari, N. & Santhi, R. (2018).** Impact of cow urine extract of *Azadirachta indica* leaves on the digestive enzymes of stored product pest, *Tribolium castaneum*. *The Pharma Innovation Journal*. 7(11): 509-511.
- Goyal, M. M. & Basak, A. (2010).** Human catalase : Looking for complete identity. *Protein and Cell*. 1(10): 888-897.
- Grant, D. F. & Matsumura, F. (1989).** Glutathione S-transferase 1 and 2 in susceptible and insecticide resistant *Aedes aegypti*. *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 33(2): 132-143.
- Guenez, R. (2020).** Contribution à l'étude de l'activité larvicide des extraits de certaines plantes sur les larves de trois espèces de moustiques *Culex pipiens* (Linné), *Aedes caspius* (Pallas) et *Culiseta longiareolata* (Aitken). Thèse de Doctorat en Sciences. Spécialité : Biologie Animale. Université Badji Mokhtar, Annaba, 113p.

H

- Habiba, K., Romain-Rolland, M. & Elias, N. N. (2015).** Insecticidal properties and persistence of *Berlinia grandifolia* (J. Vahl) and *Securidaca longepedunculata* Fres., two Aromatic Plants from the Far-North region of Cameroon alone or in Combination

- against *Sitophilus oryzae* L.(Coleoptera : Curculionidae). International Journal of Farming and Allied Sciences. 4(8): 635-642.
- Habig, W. H., Pabst, M. J. & Jakoby, W. B. (1974).** Glutathione S-transferases the first enzymatic step in mercapturic acid formation. Journal of Biological Chemistry. 249(22): 7130-7139.
- Haddi, K., Valbon, W. R., Viteri Jumbo, L. O., de Oliveira, L. O., Guedes, R. N. C. & Oliveira, E. E. (2018).** Diversity and convergence of mechanisms involved in pyrethroid resistance in the stored grain weevils, *Sitophilus spp.* Scientific Reports. 8(1): 1-15.
- Hagstrum, D. W., Phillips, T. W. & Cuperus, G. (2012).** Stored product protection. Kansas State University, Manhattan, KS. KSRE Publication.
- Hall D. W. (1970).** Handling and storage of food grains in tropical and sub-tropical areas. Agricultural development paper no. 90, Food and Agriculture Organisation, Rome, Italy.
- Hamdani, D. (2012).** Action des poudres et des huiles de quelques plantes aromatiques sur les paramètres biologiques de la bruche du Haricot, *Acanthoscelides obtectus* Say. (Coleoptera : Bruchidae). Mémoire de Magister en Sciences Biologiques. Option : Ecologie et Biodiversité Animales des Ecosystèmes Continentaux. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 126 p.
- 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.
- Hamza, A. F., El-Orabi, M. N., Gharieb, O. H., El-Saeady, A.H. A. & Hussein, A.-R. E. (2016).** Response of *Sitophilus granarius* L. to fumigant toxicity of some plant volatile oils. Journal of Radiation Research and Applied Sciences. 9(1): 8-14.
- Hanif, C. M. S., Ul-Hasan, M., Sagheer, M., Saleem, S., Akhtar, S. & Ijaz, M. (2016).** Insecticidal and repellent activities of essential oils of three medicinal plants towards insect pests of stored wheat. Bulgarian Journal of Agricultural Science. 22(3): 470-476.
- 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.

- Harshani, H. S. & Karunaratne, S. (2019).** Chemical composition and insecticidal effect of fruit peel powders of two citrus species against *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera : Bruchidae) in stored cowpea (*Vigna unguiculata*). International Journal of Pest Management. 1-8.
- Haubruge, E., Gilson, J. C., Gaspar, C., Lognay, G., Marlier, M. & Danhier, P. (1989).** Etude de la toxicité de cinq huiles essentielles extraites de Citrus sp. à l'égard de *Sitophilus zeamais*, *Prostephanus truncatus* et *Tribolium castaneum*. Mededelingen van de Faculteit Landbouw wetenschappen Rijks universiteit Gent. 41:1083-1093.
- 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.
- 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.
- Hemingway, J., Malcolm, C. A., Kissoon, K. E., Boddington, R. G., Curtis, C. F. & Hill, N. (1985).** The biochemistry of insecticide resistance in *Anopheles sacharovi* : Comparative studies with a range of insecticide susceptible and resistant *Anopheles* and *Culex species*. Pesticide Biochemistry and Physiology. 24(1): 68-76.
- Heydarzade, A. & Moravvej, G. (2012).** Contact toxicity and persistence of essential oils from *Foeniculum vulgare*, *Teucrium polium* and *Satureja hortensis* against *Callosobruchus maculatus* (Fabricius) (Coleoptera : Bruchidae) adults. Journal of Entomology. 36: 507-518.
- Himed, L. (2011).** Evaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles de *Citrus limon*: application à la margarine. Mémoire de magistère en Sciences Alimentaires Option : Technologie Alimentaire, Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires INATAA. Université Mentouri, Constantine, 65 p.
- Hojjati, M. & Barzegar, H. (2017).** Chemical composition and biological activities of lemon (*Citrus limon*) leaf essential oil. Nutrition and Food Sciences Research. 4(4): 15-24.
- Hossain, S. & Khalequzzaman, M. (2018).** Repellent and oviposition deterrent activity of leaf extracts of *Azadirachta indica* A. Juss., *Persicaria hydropiper* (L.) Spach. and *Vitex negundo* Linn. against the melon fruit fly, *Bactrocera cucurbitae* (Coquillett) (Diptera : Tephritidae). Journal of Entomology and Zoology Studies. 6 (2): 2291-2295.

- Hough-Goldstein, J. A. (1990).** Antifeedant effects of common herbs on the Colorado potato beetle (Coleoptera : Chrysomelidae). *Environmental Entomology*. 19(2): 234-238.
- Hu, J., Luo, C., Chu, W., Shan, Y., Qian, Z.-M., Zhu, G., Yu, Y. & Feng, H. (2012).** 20-Hydroxyecdysone protects against oxidative stress-induced neuronal injury by scavenging free radicals and modulating NF- κ B and JNK pathways. *PloS one*. 7: (12) e50764.
- Huang, Y. & Ho, S. H. (1998).** Toxicity and antifeedant activities of cinnamaldehyde against the grain storage insects, *Tribolium castaneum* (Herbst) and *Sitophilus zeamais* Motsch. *Journal of Stored Products Research*. 34(1): 11-17.
- 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.
- Huang, J. F., Shui, K. J., Li, H. Y., Hu, M. Y. & Zhong, G. H. (2011).** Antiproliferative effect of azadirachtin A on *Spodoptera litura* S1-1 cell line through cell cycle arrest and apoptosis induced by up-regulation of p 53. *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 99(1): 16-24.
- Hubert, J., Stejskal, V., Athanassiou, C. G. & Throne, J. E. (2018).** Health hazards associated with arthropod infestation of stored products. *Annual Review of Entomology*. 63: 553-573.
- Hussain, A.I., Anwar, F., Sherazi, S.T.H. & Przybylski, R. (2008).** Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities of basil (*Ocimum basilicum*) essential oils depends on seasonal variations. *Food Chemistry*. 108: 986-995.
- Hummelbrunner, L. A. & Isman, M. B. (2001).** Acute, sublethal, antifeedant, and synergistic effects of monoterpene essential oil compounds on the tobacco cutworm, *Spodoptera litura* (Lep., Noctuidae). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 49(2): 715-720.

I

- Ibrahim, Y. E., Saleh, A. A. & Al-Saleh, M. A. (2017).** Management of asiatic citrus canker under field conditions in Saudi Arabia using bacteriophages and acibenzolar-S-methyl. *Plant Disease*. 101(5): 761-765.
- Iboudo, Z., Dabiré, L. C. B., Nébié, R. C. H., Dicko, I. O., Dugravot, S., Cortesero, A. M. & Sanon, A. (2010).** Biological activity and persistence of four essential oils

- towards the main pest of stored cowpeas, *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera : Bruchidae). Journal of Stored Products Research. 46(2): 124-128.
- Isikber, A. (2006).** Comparison of reproductive numerical response of two coccinellid predators, *Scymnus levaillanti* Mulsant and *Cycloneda sanguinea* L. (Coleoptera : Coccinellidae). Southwestern Entomologist. 31(2): 135-146.
- Islam, M. T., Omar, D., Latif, M. A. & Morshed, M. M. (2011).** The integrated use of entomopathogenic fungus, *Beauveria bassiana* with botanical insecticide, neem against *Bemisia tabaci* on eggplant. African Journal of Microbiology Research. 5(21): 3409-3413.
- Isman, M. B., Koul, O., Luczynski, A. & Kaminski, J. (1990).** Insecticidal and antifeedant bioactivities of neem oils and their relation ship to azadirachtin content. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 38(6): 1406-1411.
- Isman, M. B. (1995).** Leads and prospects for the development of new botanical insecticides. Review of Pesticides and Toxicology. 3: 1-20.
- Isman, M. B., Matsuura, H., MacKinnon, S., Durst, T., Towers, G. N. & Arnason, J. T. (1996).** Phytochemistry of the Meliaceae. In Phytochemical Diversity and Redundancy in Ecological Interactions, Springer. 155-178.
- Isman, M. B. (1997a).** Neem and other botanical insecticides : Barriers to commercialization. Phytoparasitica. 25(4): 339-344.
- Isman, M. B. (1997b).** Neem insecticides. Pesticide Outlook (United Kingdom).
- Isman, M. B. (1999).** Neem and related natural products. In Biopesticides : Use and delivery, Springer. 139-153.
- Isman, M. B. (2000).** Plant essential oils for pest and disease management. Crop protection. 19(8-10): 603-608.
- Isman, M. B. (2006).** Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. Annual Review of Entomology 51: 45-66.

J

- Jakoby, W. B., & Habig, W. H. (1980).** Glutathione transferases. Enzymatic Basis of Detoxification. 2: 63-94.
- Jat, M. C. & Bhardwaj, S. C. (2005).** Combined Effect of *Bacillus thuringiensis* and SINPV with malathion, decamethrin and azadirachtin against larvae of *Spodoptera litura* (Fabricius) on Cauliflower. Annals of Plant Protection Sciences. 13(1): 00-00.

- Jayakumar, M., Seenivasan, S. P., Rehman, F. & Ignacimuthu, S. (2017a).** Fumigant effect of some essential oils against pulse beetle, *Callosobruchus maculatus* (Fab.) (Coleoptera : Bruchidae). African Entomology. 25(1): 193-199.
- 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.
- Jirovetz, L., Buchbauer, G., Puschmann, C. & Ngassoum, M. B. (2000).** Investigations of aromatic plants from Cameroon : Analysis of the essentials oils of flowers of *Hyptis spicigera* (Linn.) Poit. by GC, GC/MS and olfactometry. Journal of Essential Oil-Bearing Plants. 3(2): 71-77.
- Joshi, R., Gaur, N., Devrani, A. & Barman, M. (2019).** Repellency of neem oil against red rust flour beetle, *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera : Tenebrionidae) and lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica* (Fabricius) (Coleoptera: Bostrichidae). International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences. 8(1): 521-524.

K

- 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.
- Kao, C. H. & Sun, C. N. (1991).** In vitro degradation of some organophosphorus insecticides by susceptible and resistant diamondback moth. Pesticide Biochemistry and Physiology. 41(2): 132-141.
- 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. & Coats, J. R. (1988).** Insecticidal properties of d-limonene. Journal of Pesticide Science. 13(2): 287-290.

- Kasraoui, M. F., Braham, M., Denden, M., Mehri, H., Garcia, M., Lamaze, T. & Attia, F. (2006).** Effet du déficit hydrique au niveau de la phase photochimique du PSII chez deux variétés d'olivier. *Comptes Rendus Biologies*. 329(2): 98-105.
- Kaufmann, C. & Briegel, H. (2004).** Flight performance of the malaria vectors *Anopheles gambiae* and *Anopheles atroparvus*. *Journal of the Society for Vector Ecology*. 29(1): 140-153.
- Kaufmann, C. & Brown, M. R. (2008).** Regulation of carbohydrate metabolism and flight performance by a hypertrehalosaemic hormone in the mosquito *Anopheles gambiae*. *Journal of Insect Physiology*. 54(2): 367-377.
- Kehal, F. (2013).** Utilisation de l'huile essentielle de *Citrus limon* comme agent conservateur et aromatique dans la crème fraîche. Magister en Sciences Alimentaires. Option : Biochimie et Technologie Alimentaire. Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires. Université de Constantine, 124p.
- 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.
- Keskin, S. & Ozkaya, H. (2015).** Effect of storage and insect infestation on the technological properties of wheat. *CyTA-Journal of Food*. 13(1): 134-139.
- Ketterman, A. J., Saisawang, C. & Wongsantichon, J. (2011).** Insect glutathione transferases. *Drug metabolism reviews*. 43(2): 253-265.
- Khani, A., Rashid, B. & Mirshekar, A. (2017).** Chemical composition and insecticidal efficacy of *Juniperus polycarpus* and *Juniperus sabina* essential oils against *Tribolium confusum* (Coleoptera : Tenebrionidae). *International Journal of Food Properties*. 20(2): 1221-1229.
- Kheloul, L., Anton, S., Gadenne, C. & Kellouche, A. (2020).** Fumigant toxicity of *Lavandula spica* essential oil and linalool on different life stages of *Tribolium confusum* (Coleoptera : Tenebrionidae). *Journal of Asia-Pacific Entomology*. 23(2): 320-326.
- Khosravi, R., Sendi, J. & Ghadamyari, M. (2010).** Effect of *Artemisia annua* L. on deterrence and nutritional efficiency of lesser mulberry pyralid (*Glyphodes pylolais* Walker) (Lepidoptera : Pyralidae). *Journal of Plant Protection Research*. 50(4): 423-428.

- Khosravi, R., Sendi, J. J., Ghadamyari, M. & Yezdani, E. (2011).** Effect of sweet wormwood *Artemisia annua* crude leaf extracts on some biological and physiological characteristics of the lesser mulberry pyralid, *Glyphodes pyloalis*. *Journal of Insect Science*. 11(1): 1-13.
- 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.
- Kim, B. J., Choi, C. H., Lee, C. H., Jeong, S. Y., Kim, J. S., Kim, B. Y., Yim, H. S. & Kang, S. O. (2005).** Glutathione is required for growth and prepore cell differentiation in *Dictyostelium*. *Developmental Biology*. 284(2): 387-398.
- Kiran, S. & Prakash, B. (2015).** Assessment of toxicity, antifeedant activity, and biochemical responses in stored-grain insects exposed to lethal and sublethal doses of *Gaultheria procumbens* L. essential oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 63(48): 10518-10524.
- Kiran, S., Kujur, A., Patel, L., Ramalakshmi, K. & Prakash, B. (2017).** Assessment of toxicity and biochemical mechanisms underlying the insecticidal activity of chemically characterized *Boswellia carterii* essential oil against insect pest of legume seeds. *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 139: 17-23.
- Kirbaslar, G. & Kirbaslar, S. I. (2004).** Composition of Turkish bitter orange and lemon leaf oils. *Journal of Essential Oil Research*. 16(2): 105-108.
- Kizek, R., Vacek, J., Trnkova, L. & Jelen, F. (2004).** Cyclic voltammetric study of the redox system of glutathione using the disulfide bond reductant tris (2-carboxethyl) phosphine. *Bioelectrochemistry*. 63: 19-24.
- Klowden, M.J. (2007).** *Physiological systems in insects*, Amsterdam: Elsevier, Academic Press, 688 p.
- Kondjoyan, N. & Berdagué, J. L. (1996).** A compilation of relative retention indices for the analysis of aromatic compounds; Laboratoire Flaveur. Clermont Ferrand, France.
- Koodalingam, A., Deepalakshmi, R., Ammu, M. & Rajalakshmi, A. (2014).** Effects of Neem Azal on marker enzymes and hemocyte phagocytic activity of larvae and pupae of the vector mosquito *Aedes aegypti*. *Journal of Asia-Pacific Entomology*. 17(2): 175-181.

- Koppenhöfer, A. M. & Fuzy, E. M. (2003).** Biological and chemical control of the Asiatic garden beetle, *Maladera castanea* (Coleoptera : Scarabaeidae). *Journal of Economic Entomology*. 96(4): 1076-1082.
- Kouache, B., Brada, M., Saadi, A., Fauconnier, M. L., Lognay, G. & Heuskin, S. (2017).** Chemical composition and acaricidal activity of *Thymus algeriensis* essential oil against *Varroa destructor*. *Natural Product Communications*. 12(1): 135-138.
- Koul, O., Walia, S. & Dhaliwal, G. S. (2008).** Essential oils as green pesticides : Potential and constraints. *Biopesticides International*. 4(1): 63-84.
- Kučerová, Z., Aulický, R. & Stejskal, V. (2003).** Accumulation of pest-arthropods in grain residues found in an empty store. *Journal of Plant Diseases and Protection*. 110(5): 499-504.
- Kumar, A., Shukla, R., Singh, P., Singh, A. K. & Dubey, N. K. (2009).** Use of essential oil from *Mentha arvensis* L. to control storage moulds and insects in stored chickpea. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 89(15): 2643-2649.
- Kurutaş, E. B., Şahan, A. & Altun, T. (2009).** Oxidative stress biomarkers in liver and gill tissues of spotted barb (*Capoeta Barroisi* Lortet, 1894) living in Ceyhan river, Adana-Turkey. *Turkish Journal of Biology*. 33(4): 275-282.

L

- Lagadic, L., Cuany, A., Bergé, J.-B. & Echaubard, M. (1993).** Purification and partial characterization of glutathione S-transferases from insecticide-resistant and lindane-induced susceptible *Spodoptera littoralis* (Boisd.) larvae. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*. 23(4): 467-474.
- Lai, D., Jin, X., Wang, H., Yuan, M. & Xu, H. (2014).** Gene expression profile change and growth inhibition in *Drosophila* larvae treated with azadirachtin. *Journal of Biotechnology*. 185: 51-56.
- 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 JW062 (DCJW) in insect pacemaker neurons?. *Journal of Pharmacology and Experimental Therapeutic*. 333(1): 264-272.
- Le Goff, G., Boundy, S., Daborn, P. J., Yen, J. L., Sofer, L., Lind, R., Sabourault, C. & Madi-Ravazzi, L. (2003).** Microarray analysis of cytochrome P450 mediated

- insecticide resistance in *Drosophila*. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*. 33(7): 701-708.
- Lee, B. H., Choi, W. S., Lee, S. E. & Park, B. S. (2001).** Fumigant toxicity of essential oils and their constituent compounds towards the rice weevil, *Sitophilus oryzae* (L.). *Crop Protection*. 20(4): 317-320.
- Li, X., Schuler, M. A. & Berenbaum, M. R. (2007).** Molecular mechanisms of metabolic resistance to synthetic and natural xenobiotics. *Annual Review of Entomology*. 52: 231-253.
- Lima, R. K., Cardoso, M. das G., Moraes, J. C., Carvalho, S. M., Rodrigues, V. G. & Guimarães, L. G. L. (2011).** Chemical composition and fumigant effect of essential oil of *Lippia sidoides* Cham. and monoterpenes against *Tenebrio molitor* (L.)(Coleoptera : Tenebrionidae). *Ciência Agrotecnologia*. 35(4): 664-671.
- Liska, D. J. (1998).** The detoxification enzyme systems. *Alternative Medicine Review*. 3(3): 187-198.
- 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.
- Liu, Z. L., Chu, S. S. & Jiang, G. H. (2011).** Insecticidal activity and composition of essential oil of *Ostericum sieboldii* (Apiaceae) against *Sitophilus zeamais* and *Tribolium castaneum*. *Records of Natural Products* . 5(2): 74-81.
- Livingstone, D. R. (2001).** Contaminant-stimulated Reactive Oxygen Species Production and Oxidative Damage in Aquatic Organisms. *Marine Pollution Bulletin*. 42: 656-666.
- Lobstein, A., Frey M.L. & Anton, R. (1983).** Altération et conservation des huiles essentielles. *Annales Pharmaceutiques Françaises*. 41 (1): 69-75.
- 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.
- Lorini, I. (2008).** Manejo integrado de pragas de grãos de cereais armazenados. 1. ed. Passo Fundo, RS : Embrapa Trigo.72 p.
- Lota, M. L., De Rocca Serra, D., Tomi, F. & Casanova, J. (2000).** Chemical variability of peel and leaf essential oils of mandarins from *Citrus reticulata* Blanco. *Biochemical Systematics and Ecology*. 28(1) : 61-78.

- Lota, M. L., De Rocca Serra, D., Tomi, F. & Casanova, J. (2001).** Chemical variability of peel and leaf essential oils of 15 species of mandarins. *Biochemical Systematics and Ecology*. 29(1) : 77-104.
- Lota, M. L., De Rocca Serra, D., Tomi, F., Jacquemond, C. & Casanova, J. (2002).** Volatile components of peel and leaf oils of lemon and lime species. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 50(4): 796-805.
- Louat, F. (2013).** Etude des effets liés à l'exposition aux insecticides chez un insecte modèle, *Drosophila melanogaster*. Thèse de Doctorat en Sciences. Spécialité : Génétique cellulaire et moléculaire. Université d'Orléans, 224 p.
- 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.
- Lu, S. C. (2009).** Regulation of glutathione synthesis. *Molecular aspects of medicine*. 30 (1-2): 42-59.
- Lukas, B., Schmiderer, C. & Novak, J. (2015).** Essential oil diversity of European *Origanum vulgare* L. (Lamiaceae). *Phytochemistry*. 119: 32-40.
- Lynn, O. M., Kim, J. E. & Lee, K. Y. (2012).** Effects of azadirachtin on the development and gene expression of fifth instar larvae of Indianmeal moth, *Plodia interpunctella*. *Journal of Asia-Pacific Entomology*. 15(1): 101-105.

M

- Madaci, B., Merghem, R., Doumandji, B. & Soltani, N. (2008).** Effet du *Nerium oleander*, laurier-rose, (Apocynaceae) sur le taux des protéines, l'activité de l'ACHé et les mouvements des vers blancs Rhizotrogini, (Coleoptera Scarabaeidae). *Sciences and Technologie*. 27: 73-78.
- Mahanta, S., Khanikor, B. & Sarma, R. (2017).** Potentiality of essential oil from *Citrus grandis* (Sapindales : Rutaceae) against *Culex quinquefasciatus* Say (Diptera: Culicidae). *Journal of Entomology and Zoology Studies*. 5(3): 803-809.
- 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*. 71(1): 83-87.

- Mamidala, P., Jones, S. C. & Mittapalli, O. (2011).** Metabolic Resistance in Bed Bugs. *Insects*. 2(1): 36-48.
- 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.
- Mansoor, M., Mamoon-ur-Rashid, M. & Din, R. (2018).** Repellent responses of maize weevil, *Sitophilus zeamais* Motsch (Coleoptera: Curculionidae) towards entomocidal plant products. *Biological Sciences - PJSIR*. 61(3): 165-171.
- 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.
- Marčić, D. & Medjo, I. (2015).** Sublethal effects of azadirachtin-A (Neem Azal-T/S) on *Tetranychus urticae* (Acari : Tetranychidae). *Systematic and Applied Acarology*. 20(1): 25-38.
- Martynov, V. O., Titov, O. G., Kolombar, T. M. & Brygadyrenko, V. V. (2019).** Influence of essential oils of plants on the migration activity of *Tribolium confusum* (Coleoptera, Tenebrionidae). *Biosystems Diversity*. 27(2): 177-185.
- Mason, J. R. (1990).** Evaluation of d-pulegone as an avian repellent. *The Journal of Wildlife Management*. 54(1): 130-135.
- Mason, A., Lee, R., Abrigo, M. & Lee, S.-H. (2017).** Support ratios and demographic dividends : Estimates for the World. United Nations Department of Economic and Social Affairs Population Division. Technical Paper No. 2017:47 p.
- Massango, H., Faroni, L. R. A., Haddi, K., Heleno, F. F., Jumbo, L. V. & Oliveira, E. E. (2017).** Toxicity and metabolic mechanisms underlying the insecticidal activity of parsley essential oil on bean weevil, *Callosobruchus maculatus*. *Journal of Pest Science*. 90(2): 723-733.
- 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 en sciences. Spécialité : Sciences des Agroressources. Université de Toulouse, 174 p .
- Mc Donald, L. L., Guy, R. H. and Speirs, R. D. (1970).** Preliminary evaluation of new candidate materials as toxicants, repellents and attractants against stored product

- insects. Marketing Research Report No. 882, Agriculture Research Service, US Department of Agric, Washington, 183 p.
- McLafferty, F. W., Zhang, M.-Y., Stauffer, D. B. & Loh, S. Y. (1998).** Comparison of algorithms and databases for matching unknown mass spectra. *Journal of the American Society for Mass Spectrometry*. 9(1): 92-95.
- Meister, A. & Anderson, M. E. (1983).** Glutathione. *Annual Review of Biochemistry*. 52(1): 711-760.
- 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 (Basel, Switzerland)*. 14(2): 839-849.
- Metcalf, R. L. (1967).** Mode of action of insecticide synergists. *Annual Review of Entomology*. 12(1): 229-256.
- 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.
- Miresmailli, S. & Isman, M. B. (2006).** Efficacy and persistence of rosemary oil as an acaricide against two spotted spider mite (Acari: Tetranychidae) on greenhouse tomato. *Journal of Economic Entomology*. 99(6): 2015-2023.
- Mirth, C. K. & Riddiford, L. M. (2007).** Size assessment and growth control: How adult size is determined in insects. *Bio Essays*. 29(4): 344-355.
- Mishra, B. B. & Tripathi, S. P. (2011).** Repellent activity of plant derived essential oils against *Sitophilous oryzae* (Linnaeus) and *Tribolium castenium* (Herbst). *Singapore Journal of Scientific Research*. 1(2): 173-178.
- Mishra, B. B., Tripathi, S. P. & Tripathi, C. P. M. (2012).** Repellent effect of leaves essential oils from *Eucalyptus globulus* (Mirtaceae) and *Ocimum basilicum* (Lamiaceae) against two major stored grain insect pests of Coleopterons. *Nature and Science*. 10(2): 50-54.
- Mohan, M. C., Reddy, N. P., Devi, U. K., Kongara, R. & Sharma, H. C. (2007).** Growth and insect assays of *Beauveria bassiana* with neem to test their compatibility and synergism. *Biocontrol Science and Technology*. 17(10): 1059-1069.

- 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.
- Morales-Rodriguez, A. & Peck, D. C. (2009).** Synergies between biological and neonicotinoid insecticides for the curative control of the white grubs *Amphimallon majale* and *Popillia japonica*. *Biological Control*. 51(1): 169-180.
- Mordue, A. J. & Blackwell, A. (1993).** Azadirachtin: An update. *Journal of Insect Physiology*. 39(11): 903-924.
- 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
- Mordue, A. J., Morgan, E. D. & Nisbet, A. J. (2010).** Azadirachtin, a natural product in insect control. *Comprehensive Molecular Insect Science*. Biochemistry and Molecular Biology. Elsevier. 4: 204-206.
- Morgan, E. D. (2009).** Azadirachtin, a scientific gold mine. *Bioorganic and Medicinal Chemistry*. 17(12): 4096-4105.
- 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.
- Moufida, S. & Marzouk, B. (2003).** Biochemical characterization of blood orange, sweet orange, lemon, bergamot and bitter orange. *Phytochemistry*. 62(8): 1283-1289.
- Mundi, A. D. & Alhassan, U. (2012).** Preliminary determination of phytochemicals in some plant seed powders that are effective in controlling storage bruchid of *Bambara groundnut*. *International Journal of Science and Advanced Technology*. 2(9): 54-59.
- Muturi, E. J., Kim, C. H., Alto, B. W., Berenbaum, M. R. & Schuler, M. A. (2011).** Larval environmental stress alters *Aedes aegypti* competence for *Sindbis virus*. *Tropical Medicine and International Health*. 16(8): 955-964.

N

- 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.

- Nath, B. S., Suresh, A., Varma, B. M. & Kumar, R. S. (1997).** Changes in protein metabolism in hemolymph and fat body of the silkworm, *Bombyx mori* (Lepidoptera : Bombycidae) in response to organophosphorus insecticides toxicity. *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 36(2): 169-173.3
- Nation, J.L. (2008).** *Insect physiology and biochemistry*, 2nd ed. CRC Press, London.
- National Institute of Standards and Technology. (1999).** PC Version 1.7 of The NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library, The Perkin Elmer Corporation.
- Negahban, M., Moharramipour, S. & Sefidkon, F. (2007).** Fumigant toxicity of essential oil from *Artemisia sieberi* Besser against three stored-product insects. *Journal of Stored Products Research*. 43(2): 123-128.
- 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.
- Nho, C. W. & Jeffery, E. (2001).** The synergistic upregulation of phase II detoxification enzymes by glucosinolate breakdown products in cruciferous vegetables. *Toxicology and Applied Pharmacology*. 174(2): 146-152.
- Noctor, G., Arisi, A. C. M., Jouanin, L., Kunert, K. J., Rennenberg, H. & Foyer, C. H. (1998).** Glutathione : Biosynthesis, metabolism and relation ship to stress tolerance explored in transformed plants. *Journal of Experimental Botany*. 49(321): 623-647.
- Nova, S. T. N., Mahboba, J., Alim, M. A. & Mandal, B. K. (2020).** Management of the red flour beetle *Tribolium castaneum* (Herbst.)(Coleoptera : Tenebrionidae) in stored wheat using dry dust of Neem (*Azadirachta indica*) and Jarul (*Lagerstroemia speciosa*) as repellants. *Journal of Entomology and Zoology Studies*. 8(3): 1993-2000.
- 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.

- Obeng-Ofori, D., Reichmuth, C. H., Bekele, J. & Hassanali, A. (1997).** Biological activity of 1, 8 cineole, a major component of essential oil of *Ocimum kenyense* (Ayobangira) against stored product beetles. *Journal of Applied Entomology*. 121(1-5): 237-243.
- Odeyemi, O. O., Masika, P. & Afolayan, A. J. (2008).** Insecticidal activities of essential oil from the leaves of *Mentha longifolia* L. subsp. *capensis* against *Sitophilus zeamais* (Motschulsky) (Coleoptera : Curculionidae). *African Entomology*. 16(2): 220-225.
- Olivero-Verbel, J., Nerio, L. S. & Stashenko, E. E. (2010).** Bioactivity against *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera : Tenebrionidae) of *Cymbopogon citratus* and *Eucalyptus citriodora* essential oils grown in Colombia. *Pest Management Science: formerly Pesticide Science*. 66(6): 664-668.
- Oppenoorth, F. J., Smissaert, H. R., Welling, W., Van der Pas, L. J. T. & Hitman, K. T. (1977).** Insensitive acetylcholinesterase, high glutathione-S-transferase, and hydrolytic activity as resistance factors in a tetrachlorvinphos-resistant strain of house fly. *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 7(1): 34-47.
- 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 Sciences. Spécialité: Toxicologie. Université Badji Mokhtar, Annaba, 32 p.
- Oussou, K. R., Kanko, C., Philomene, K. A., Guessennd, K. N. & Boti, J. B. (2017).** Chemical composition and inhibitory effects of essential oils of two Rutaceae of Côte D'ivoire: *Clausena anisata* and *Citrus aurantifolia*. *International Journal of Engineering and Applied Sciences*. 4(12): 8-12.

P

- 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.
- Papachristos, D. P. & Stamopoulos, D. C. (2002).** Repellent, toxic and reproduction inhibitory effects of essential oil vapours on *Acanthoscelides obtectus* (Say)(Coleoptera : Bruchidae). *Journal of Stored Products Research*. 38(2): 117-128.
- Pasquoto-Stigliani, T., Campos, E. V., Oliveira, J. L., Silva, C. M., Bilesky-José, N., Guilger, M., Troost, J., Oliveira, H. C., Stolf-Moreira, R. & Fraceto, L. F. (2017).**

- Nanocapsules containing neem (*Azadirachta indica*) oil: Development, characterization, and toxicity evaluation. *Scientific reports*. 7(1): 1-12.
- Paventi, G., de Acutis, L., De Cristofaro, A., Pistillo, M., Germinara, G. S. & Rotundo, G. (2020).** Biological activity of *Humulus lupulus* (L.) essential oil and its main components against *Sitophilus granarius* (L.). *Biomolecules*. 10(8): 1108: 2-16.
- Pavliidi, N., Vontas, J. & Van Leeuwen, T. (2018).** The role of glutathione S-transferases (GSTs) in insecticide resistance in crop pests and disease vectors. *Current Opinion in Insect Science*. 27: 97-102.
- Pemonge, J., Jesus Pascual-Villalobos, M. & Regnault-Roger, C. (1997).** Effects of material and extracts of *Trigonella foenum-graecum* L. against the stored product pests *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae) and *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera: Bruchidae). *Journal of Stored Products Research*. 33(3): 209-217.
- Penninckx, M. J. (2002).** An overview on glutathione in *Saccharomyces* versus non-conventional yeasts. *FEMS Yeast Research*. 2(3): 295-305.
- 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.
- Pinho, A. I., Wallau, G. L., Nunes, M. E. M., Leite, N. F., Tintino, S. R., da Cruz, L. C., da Cunha, F. A. B., da Costa, J. G. M., Douglas Melo Coutinho, H. & Posser, T. (2014).** Fumigant activity of the *Psidium guajava* var. *Pomifera* (Myrtaceae) essential oil in *Drosophila melanogaster* by means of oxidative stress. *Oxidative Medicine and Cellular Longevity*. 2014: 1-8.
- Plarre, R. (2010).** An attempt to reconstruct the natural and cultural history of the granary weevil, *Sitophilus granarius* (Coleoptera : Curculionidae). A review. *European Journal of Entomology (Czech Republic)*. 107(1): 1-11.
- 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.

Polatoğlu, K., Karakoç, Ö. C., Demirci, B., Gören, N. & Can Başer, K. H. (2015). *Sitophilus granarius* L. (Coleoptera) toxicity and biological activities of the essential oils of *Tanacetum macrophyllum* (Waldst. & Kit.) Schultz Bip. Journal of Oleo Science. 64(8): 881-893.

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.

Prates, H. T., Santos, J. P., Waquil, J. M., Fabris, J. D., Oliveira, A. B. & Foster, J. E. (1998). Insecticidal activity of monoterpenes against *Rhizopertha dominica* (F.) and *Tribolium castaneum* (Herbst). Journal of Stored Products Research. 34(4): 243-249.

Preet, S. & Sneha, A. (2011). Biochemical evidence of efficacy of potash alum for the control of dengue vector *Aedes aegypti* (Linnaeus). Parasitology Research. 108(6): 1533-1539.

Prianto, A. H., Budiawan, N. F. N., Yulizar, Y. & Simanjuntak, P. (2019). The Synergy Effect of azadirachtin and minor components of neem seed oil on antifeedant activity of *Spodoptera litura*. Buletin Penelitian Tanaman Rempah Dan Obat. 30(1): 27-34.

Priya, A., Trupti, S., Mira, R. & Aparna, S. (2016). Control of *Rhizopertha dominica* by various solvents extracts of fruits of *Zanthoxyulum rhetsa* Roxb dc (Rutaceae). | International Journal of Recent Scientific Research. 7(6): 12061-12070.

Q

Qiao, J., Zou, X., Lai, D., Yan, Y., Wang, Q., Li, W..... & Gu, H. (2014). Azadirachtin blocks the calcium channel and modulates the cholinergic miniature synaptic current in the central nervous system of *Drosophila*. Pest management science. 70(7): 1041-1047.

R

Rajendran, S. & Sriranjini, V. (2008). Plant products as fumigants for stored-product insect control. Journal of Stored Products Research. 44(2): 126-135.

- Rahayu R. & Mairawita, J.R. (2018).** Efficacy and residual activity of lemongrass essential oil (*Cymbopogon flexuosus*) against German cockroaches (*Blattella germanica*). Journal of Entomology. 15:149-154.
- Ramakoteswara Rao, S., Chitra, K. C. & Kameswara Rao, P. (1995).** Studies on the effects of certain plant extracts on the protein metabolism of *Spodoptera litura* (Fabr.). Indian Journal of Entomology. 57(4): 406-408.
- Ramzi, S., Sahragard, A. & Zibae, A. (2014).** Effects of *Citrullus colocynthis* agglutinin on intermediary metabolism of *Ectomyelois ceratoniae* Zeller (Lepidoptera: Pyralidae). Journal of Asia-Pacific Entomology. 17(3): 273-279.
- Ranson, H., Claudianos, C., Ortelli, F., Abgrall, C., Hemingway, J., Sharakhova, M. V., Unger, M. F., Collins, F. H. & Feyereisen, R. (2002).** Evolution of supergene families associated with insecticide resistance. Science. 298(5591): 179-181.
- Rauf, A., Uddin, G. & Ali, J. (2014).** Phytochemical analysis and radical scavenging profile of juices of *Citrus sinensis*, *Citrus anrantifolia*, and *Citrus limonum*. Organic and Medicinal Chemistry Letters. 4(1): 5:1-3.
- Rahman, S., Rahman, M. M., Khan, M., Begum, S. A., Roy, B. & Shahed, S. (2007).** Ethanolic extract of melgota(*Macaranga postulata*) for repellency, insecticidal activity against rice weevil (*Sitophilus oryzae*). African Journal of Biotechnology. 6(4): 379-383.
- Rastegar, F., Moharramipour, S., Shojai, M. & Abbasipour, H. (2011).** Chemical composition and insecticidal activity of essential oil of *Zataria multiflora* Boiss. (Lamiaceae) against *Callosobruchus maculatus* (F.)(Coleoptera: Bruchidae). IOBC/wprs Bulletin. 69: 281-288.
- Rawi, S. M., Bakry, F. A. & Al-Hazmi, M. A. (2011).** Biochemical and histopathological effect of crude extracts on *Spodoptera littoralis* larvae. Journal of Evolutionary Biology Research. 3(5): 67-78.
- Razak, T. A. & Sivasubramanian, P. (2007).** Effect of three botanical oils on carbohydrate content in *Cheilomenes sexmaculata* Fabricius and *Chrysoperla carnea* Stephens. Asian Journal of Biochemistry. 2(2): 124-129.
- Rees, D. (2007).** Insects of stores grain. Second edition. CSIRO publishing. Collingwood, 81pp.
- Rega, B., Fournier, N. & Guichard, E. (2003).** Citrus flavor. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 51: 117-133.

- Regnault-Roger, C., Philogène, B. J. & Vincent, C. (2002).** Biopesticides d'origine végétale. Editions Technique et documentation, 337 p.
- Regnault-Roger, C., Ribodeau, M., Hamraoui, A., Bateau, I., Blanchard, P., Gil-Munoz, M. I. & Barberan, F. T. (2004).** Polyphenolic compounds of Mediterranean Lamiaceae and investigation of orientational effects on *Acanthoscelides obtectus* (Say). Journal of Stored Products Research. 40(4): 395-408.
- Renuga, F. B. & Sahayaraj, K. (2009).** Influence of botanicals in total head protein of *Spodoptera litura* (Fab.). Journal of Biopesticides. 2(1): 52-55.
- 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.
- Rivero, A., Magaud, A., Nicot, A. & Vézilier, J. (2011).** Energetic cost of insecticide resistance in *Culex pipiens* mosquitoes. Journal of Medical Entomology. 48(3): 694-700.
- 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* (DC.) Stapf. Journal of Medicinal Plants Research. 8(37): 1121-1126.
- Rodriguez-Ortega, M. J., Grøsvik, B. E., Rodríguez-Ariza, A., Goksøyr, A. & López-Barea, J. (2003).** Changes in protein expression profiles in bivalve molluscs (*Chamaelea gallina*) exposed to four model environmental pollutants. Proteomics: International Edition. 3(8):1535-1543.
- Roger, C., Vincent, C. & Coderre, D. (1995).** Mortality and predation efficiency of *Coleomegilla maculata* lengi Timb.(Col., Coccinellidae) following application of Neem extracts (*Azadirachta indica* A. Juss., Meliaceae). Journal of Applied Entomology. 119(1-5): 439-443.
- Rossi, E., Cosimi, S. & Loni, A. (2012).** Bioactivity of essential oils from Mediterranean plants: insecticidal properties on *Sitophilus zeamais* and effects on seed germination. Journal of Entomology. 9(6): 403-412.
- Rotimi, O. A., Chris, O. A., Olusola, O. O., Joshua, R. & Josiah, A. O. (2011).** Bioefficacy of extracts of some indigenous Nigerian plants on the developmental stages of mosquito (*Anopheles gambiae*). Jordan Journal of Biological Sciences. 4(4): 237-242.

- Saci, R. (2006).** Effet d'un régulateur de croissance, l'azadrachine chez *Blattella germanica* (Dictyoptera : Blattellidae): physiologie, activité enzymatique et comparaison de la détoxification avec d'autres groupes de pesticides. Mémoire de Magister, Université de Badji Mokhtar- Annaba, 94 p.
- 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.
- Sajid, A., Sarfraz, R., Hanif, M. & Shahid, M. (2016).** Evaluation of chemical composition and biological activities of *Citrus pseudolimon* and *Citrus grandis* peel essential oils. Journal of the Chemical Society of Pakistan. 38(2): 266-273.
- Sak, O., Uçkan, 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(1): 53-58.
- Salehzadeha, A. & Mahjub, H. (2011).** Antagonistic effect of azadirachtin on cyfluthrin and permethrin. Journal of Entomology. 8: 95-100.
- Salim-ur-Rehman, S. H., Nawaz, B., Ahmad, M. M., Murtaza, M. A. & Rizvi, A. J. (2007).** Inhibitory effect of citrus peel essential oils on the microbial growth of bread. Pakistan Journal of Nutrition. 6(6): 558-561.
- Santos, M. S., Zanardi, O. Z., Pauli, K. S., Forim, M. R., Yamamoto, P. T. & Vendramim, J. D. (2015).** Toxicity of an azadirachtin-based biopesticide on *Diaphorina citri* Kuwayama (Hemiptera : Liviidae) and its ectoparasitoid *Tamarixia radiata* (Waterston) (Hymenoptera: Eulophidae). Crop Protection. 74: 116-123.
- Sarkadi, B., Homolya, L., Szakács, G. & Váradi, A. (2006).** Human multidrug resistance ABCB and ABCG transporters: Participation in a chemoimmunity defense system. Physiological Reviews. 86(4): 1179-1236.
- Sarwar, M., Ahmad, N. & Toufiq, M. (2009).** Host plant resistance relationships in chickpea (*Cicer arietinum* L.) against gram pod borer (*Helicoverpa armigera* Hubner). Pakistan Journal of Botany. 41(6): 3047-3052.
- Sau, A., Tregno, F. P., Valentino, F., Federici, G. & Caccuri, A. M. (2010).** Glutathione transferases and development of new principles to overcome drug resistance. Archives of Biochemistry and Biophysics. 500(2): 116-122.

- Sawamura, M., Thi Minh Tu, N., Onishi, Y., Ogawa, E. & Choi, H.S. (2004).** Characteristic odor components of *Citrus reticulata* Blanco (ponkan) cold-pressed oil. *Bioscience, Biotechnology and Biochemistry*. 68(8) :1690-1697.
- Scheepens, P. (2011).** Storage of agricultural products. Wageningen: CTA, 85 p.
- Schmutterer, H. (1990).** Properties and potential of natural pesticides from the neem tree, *Azadirachta indica*. *Annual Review of Entomology*. 35(1): 271-297.
- Schmutterer, H. & Singh, R. P. (1995).** List of insect pests susceptible to neem products. *The neem tree: Azadirachta indica* A. Juss and other Meliaceae plants. VCH, New York. 326-365.
- Schmutterer, H., Ermel, K. & Isman, M. B. (2002).** The Tiam, Sentang, or Marrango tree : *Azadirachta excelsa* (Jack). *Azadirachta indica* A Juss and other meliaceous plants: sources of unique natural products for integrated pest management, medicine, industry and other purposes, 2nd edn. Neem Foundation, Mumbai, India. 760-779.
- Schneider, M. I., Smaghe, G., Pineda, S. & Vinuela, E. (2004).** Action of insect growth regulator insecticides and spinosad on life history parameters and absorption in third-instar larvae of the endoparasitoid *Hyposoter didymator*. *Biological Control*. 31(2): 189-198.
- Scott, J. G., Cochran, D. G. & Siegfried, B. D. (1990).** Insecticide toxicity, synergism, and resistance in the *German cockroach* (Dictyoptera : Blattellidae). *Journal of Economic Entomology*. 83(5): 1698-1703.
- Scudeler, E. L. & dos Santos, D. C. (2013).** Effects of neem oil (*Azadirachta indica* A. Juss) on midgut cells of predatory larvae *Ceraeochrysa claveri* (Navás, 1911) (Neuroptera : Chrysopidae). *Micron*. 44: 125-132.
- Seghier, H., Tine-Djebbar, F., Wahida, L. & Soltani, N. (2020).** Laticidal and Pupicidal activities of *Petroselinum Crispum* seed essential oil on *Culex pipiens* and *Culiseta longiareolata* mosquitoes. *Transylvanian Review*. 27: 14669-14675.
- Senatore, F., Napolitano, F. & Ozcan, M. (2000).** Composition and antibacterial activity of the essential oil from *Crithmum maritimum* L. (Apiaceae) growing wild in Turkey. *Flavour and Fragrance Journal*. 15(3): 186-189.
- Sendi, J. J. & Ebadollahi, A. S. G. A. R. (2013).** Biological activities of essential oils on insects. *Recent Progress in Medicinal Plants (RPMP): Essential Oils II*. 37: 129-150.
- Senthil-Nathan, S., Young Choi, M., Yul Seo, H., Hoon Paik, C., Kalaivani, K., Duk Kim, J. (2008).** Effect of azadirachtin on acetylcholinesterase (AChE) activity and

- histology of the brown planthopper *Nilaparvata lugens* (Stål). *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 70(2): 244-50.
- Senthilkumar, N., Varma, P. & Gurusubramanian, G. (2009).** Larvicidal and adulticidal activities of some medicinal plants against the malarial vector, *Anopheles stephensi* (Liston). *Parasitology Research*. 104(2): 237-244.
- Shaaya, E. & Kostyukovysky, M. (2006).** Essential oils : Potency against stored product insects and mode of action. *Stewart Postharvest Review*. 4(5): 1-6.
- Shahriari, M., Sahebzadeh, N. & Zibae, A. (2017).** Effect of *Teucrium polium* (Lamiaceae) essential oil on digestive enzyme activities and energy reserves of *Ephestia kuehniella* (Lepidoptera: Pyralidae). *International Science Journal*. 14: 182-189.
- Shakarami, J., Eftekharifar, R., Latifian, M. & Jafari, S. (2015).** Insecticidal activity and synergistic effect of *Beauvaria bassiana* (Bals.) Vuill. and three botanical compounds against third instar larvae of *Ephestia kuehniella* Zeller. *Research on Crops*. 16(2): 296-303.
- 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.
- Shan, X., Aw, T. Y. & Jones, D. P. (1990).** Glutathione-dependent projection against oxidative injury. *Pharmacology & Therapeutics*. 47(1): 61-71.
- 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.
- Sharma, P., Jha, A. B., Dubey, R. S. & Pessarakli, M. (2012).** Reactive oxygen species, oxidative damage, and antioxidative defense mechanism in plants under stressful conditions. *Journal of Botany*. 2012: 1-26.
- Shaw, P. E. (1979).** Review of quantitative analyses of citrus essential oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 27(2): 246-257.
- Sheehan, D., Meade, G., Foley, V. M. & Dowd, C. A. (2001).** Structure, function and evolution of glutathione transferases: Implications for classification of non-mammalian members of an ancient enzyme superfamily. *Biochemical Journal*. 360(1): 1-16.

- 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.
- Shojaei, A., Talebi, K., Sharifian, I. & Ahsaei, S. M. (2017).** Evaluation of detoxifying enzymes of *Tribolium castaneum* and *Tribolium confusum* (Col.: Tenebrionidae) exposed to essential oil of *Artemisia dracuncululus* L. *Biharean Biologist*. 11(1): 5-9.
- Shu, B., Wang, W., Hu, Q., Huang, J., Hu, M. & Zhong, G. (2015).** A comprehensive study on apoptosis induction by azadirachtin in *Spodoptera frugiperda* cultured cell line Sf9. *Archives of Insect Biochemistry and Physiology*. 89(3): 153-168.
- Shukla, R., Singh, P., Prakash, B., Kumar, A., Mishra, P. K. & Dubey, N. K. (2011).** Efficacy of essential oils of *Lippia alba* (Mill.) NE Brown and *Callistemon lanceolatus* (Sm.) Sweet and their major constituents on mortality, oviposition and feeding behaviour of pulse beetle, *Callosobruchus chinensis* L. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 91(12): 2277-2283.
- Sies, H. (1999).** Glutathione and its role in cellular functions. *Free Radical Biology and Medicine*. 27(9-10): 916-921.
- Sifi, K. (2009).** Biosurveillance de la qualité des eaux du Golf d'Annaba : croissance, composition biochimique et dosage de biomarqueurs du stress environnementale chez *Donax trunculus* (Mollusque: Bivalve). Thèse pour l'obtention du Diplôme de Doctorat. Université de Annaba, 229 p.
- Singh, K. D., Labala, R. K., Devi, T. B., Singh, N. I., Chanu, H. D., Sougrakpam, S., Nameirakpam, B. S., Sahoo, D. & Rajashekar, Y. (2017).** Biochemical efficacy, molecular docking and inhibitory effect of 2, 3-dimethylmaleic anhydride on insect acetylcholinesterase. *Scientific Reports*. 7(1): 1-11.
- 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.
- Smirle, M. J., Lowery, D. T. & Zurowski, C. L. (1996).** Influence of neem oil on detoxication enzyme activity in the obliquebanded leafroller, *Choristoneura rosaceana*. *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 56(3): 220-230.

- Smith, D. C., Forland, S., Bachanos, E., Matejka, M. & Barrett, V. (2001).** Qualitative analysis of citrus fruit extracts by GC/MS : An Undergraduate Experiment. *The Chemical Educator*. 6(1): 28-31.
- Sneha, A. & Preet, S. (2016).** Impact of sublethal conventional and biorational larvicidal stress on fitness status in nutritionally challenged *Aedes aegypti* larvae. *International Journal of Mosquito Research*. 3(1): 39-46.
- Sreejai, R. & Jaya, D. S. (2010).** Studies on the changes in lipid peroxidation and antioxidants in fishes exposed to hydrogen sulfide. *Toxicology International*. 17(2): 71-77.
- Stark, J., Vargas, R. I. & Thalman, R. K. (1990).** Azadirachtin: effects on metamorphosis, longevity and reproduction of three tephritid fruit fly species. *Journal of Economic Entomology*. 83: 2168-2174.
- 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. *Insect Biology in future*, Academic Press. 253-271.
- Stenersen, J. (2004).** Chemical pesticides mode of action and toxicology. CRC press.
- Sugumaran, M. (2010).** Chapter 5- Chemistry of Cuticular Sclerotization. *Advances in Insect Physiology*. Academic Press. 39 :151-209.
- Sun, C. N., Huang, S. Y., Hu, N. T. & Chung, W. Y. (2001).** Glutathione S-transferases and insect resistance to insecticides. In *biochemical sites of insecticide action and resistance*. Springer. Berlin. 239-254.
- 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.

T

- Tanzubil, P. B. (1991).** Control of some insect pests of cowpea (*Vigna unguiculata*) with neem (*Azadirachta indica* A Juss.) in Northern Ghana. *Tropical Pest Management*. 37(3): 216-217.

- Tapondjou, A., Adler, C., Fontem, D., Bouda, H. & Reichmuth, C. (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: 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.
- Tarikul, I., Biswas, M. J. H., Howlader, M. T. H. & Ullah, M. S. (2017).** Laboratory evaluation of *Beauveria bassiana*, some plant oils and insect growth regulators against two-spotted spider mite, *Tetranychus urticae* Koch (Acari: Tetranychidae). *Persian Journal of Acarology*. 6(3): 203-211.
- Tchoumboungang, F., Dongmo, P. M. J., Sameza, M. L., Mbanjo, E. G. N., Fotso, G. B. T., Zollo, P. H. A. & Menut, C. (2009).** Activité larvicide sur *Anopheles gambiae* Giles et composition chimique des huiles essentielles extraites de quatre plantes cultivées au Cameroun. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*. 13(1): 77-84.
- Timmermann, S. E. & Briegel, H. (1999).** Larval growth and biosynthesis of reserves in mosquitoes. *Journal of Insect Physiology*. 45(5): 461-470.
- Timmins, W. A. & Reynolds, S. E. (1992).** Azadirachtin inhibits secretion of trypsin in midgut of *Manduca sexta* caterpillars: Reduced growth due to impaired protein digestion. *Entomologia Experimentalis et Applicata*. 63(1): 47-54.
- Tine, S. (2013).** Etude de la biodiversité des blattes dans la région semi-arides et arides et évaluation de l'impact d'insecticides chez *Blattella germanica* et *Blatta orientalis* (Dictyoptera, Blattellidae). Thèse de Doctorat en sciences. Spécialité: Biologie Animale. Université Badji Mokhtar, Annaba, 194p.
- Tine, S., Tine-Djebbar, F., Aribi, N. & Boudjelida, H. (2015).** Topical toxicity of spinosad and its impact on the enzymatic activities and reproduction in the cockroach *Blatta orientalis* (Dictyoptera: Blattellidae). *African Entomology*. 23(2): 387-396.
- 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.

- Tomé, H. V. V., Martins, J. C., Corrêa, A. S., Galdino, T. V. S., Picanço, M. C. & Guedes, R. N. C. (2013).** Azadirachtin avoidance by larvae and adult females of the tomato leafminer *Tuta absoluta*. *Crop Protection*. 46: 63-69.
- 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.
- Tripathi, A. K., Prajapati, V., Aggarwal, K. K. & Kumar, S. (2001).** Toxicity, feeding deterrence, and effect of activity of 1, 8-cineole from *Artemisia annua* on progeny production of *Tribolium castaneum* (Coleoptera : Tenebrionidae). *Journal of Economic Entomology*. 94(4): 979-983.
- Tripathi, A. K., Prajapati, V., Khanuja, S. P. S. & Kumar, S. (2003).** Effect of d-limonene on three stored-product beetles. *Journal of Economic Entomology*. 96(3): 990-995.

U

- Uysal, B., Sozmen, F., Aktas, O., Oksal, B. S. & Kose, E. O. (2011).** Essential oil composition and antibacterial activity of the grapefruit (*Citrus Paradisi*. L) peel essential oils obtained by solvent-free microwave extraction: Comparison with hydrodistillation. *International Journal of Food Science and Technology*. 46(7): 1455-1461.

V

- Valizadeh, B., Jalali, S. J., Zibaei, A. & Oftadeh, M. (2013).** Effect of neem based insecticide Achook® on mortality, biological and biochemical parameters of elm leaf beetle *Xanthogaleruca luteola* Mull (Col: Chrysomelidae). *Journal of Crop Protection*. 2(3): 319-330.
- Valles, S. M. & Yu, S. J. (1996).** Detection and biochemical characterization of insecticide resistance in the German cockroach (Dictyoptera : Blattellidae). *Journal of Economic Entomology*. 89(1): 21-26.
- Vanhaelen, N., Haubruge, E. & Francis, F. (2001).** Effects of Brassicaceae secondary metabolites on the Glutathione S-transferase activity from *Episyrphus balteatus* De Geer (Diptera : Syrphidae). *Pesticide Biochemistry and Physiology*. 71(3): 170-177.

- Vantaux, A., Ouattarra, I., Lefèvre, T. & Dabiré, K. R. (2016).** Effects of larvicidal and larval nutritional stresses on *Anopheles gambiae* development, survival and competence for *Plasmodium falciparum*. *Parasites and Vectors*. 9(1):1-11
- 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.
- Vijayaraghavan, C., Sivakumar, C., Kavitha, Z. & Sivasubramanian, P. (2010).** Effect of plant extracts on biochemical components of cabbage leaf webber, *Crocidolomia binotalis* Zeller. *Journal of Biopesticides*. 3(1): 275-277.
- Vinayagam, A., Senthilkumar, N. & Umamaheswari, A. (2008).** Larvicidal activity of some medicinal plant extracts against malaria vector *Anopheles stephensi*. *Research Journal of Parasitology*. 3(2): 50-58.

W

- Walters, K. B., Grant, P. & Johnson, D. L. (2009).** Evolution of the GST omega gene family in 12 *Drosophila* species. *Journal of Heredity*. 100(6): 742-753.
- Wang, W. & Ballatori, N. (1998).** Endogenous glutathione conjugates: Occurrence and biological functions. *Pharmacological Reviews*. 50(3): 335-356.
- Wang, H., Lai, D., Yuan, M. & Xu, H. (2014).** Growth inhibition and differences in protein profiles in azadirachtin-treated *Drosophila melanogaster* larvae. *Electrophoresis*. 35(8): 1122-1129.
- Wang, Z., Cheng, X., Meng, Q., Wang, P., Shu, B., Hu, Q., Hu, M. & Zhong, G. (2015).** Azadirachtin-induced apoptosis involves lysosomal membrane permeabilization and cathepsin L release in *Spodoptera frugiperda* Sf9 cells. *The International Journal of Biochemistry and Cell Biology*. 4(64): 126-135.
- 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.

- War, A. R., Paulraj, M. G. & Ignacimuthu, S. (2011).** Synergistic activity of endosulfan with neem oil formulation against tobacco caterpillar *Spodoptera litura* (Fab.) (Lepidoptera : Noctuidae). *Journal of Entomology*. 8(6): 530-538.
- War, A. R., Paulraj, M. C., Hussain, B., Ahmed T., War M. Y. & Ignacimuthu, S. (2014).** Efficacy of a combined treatment of neem oil formulation and endosulfan against *Helicoverpa armigera* (Hub). (Lepidoptera :Noctuidae). *International Journal of Insect Science*. 6 :1-7.
- Watanabe, K., Shono, Y., Kakimizu, A., Okada, A., Matsuo, N., Satoh, A. & Nishimura, H. (1993).** New mosquito repellent from *Eucalyptus camaldulensis*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 41(11): 2164-2166.
- Weckbecker, G. & Cory, J. G. (1988).** Ribonucleotide reductase activity and growth of glutathione-depleted mouse leukemia L1210 cells in vitro. *Cancer Letters*. 40(3): 257-264.
- Wei, Q. (2020).** A method for evaluating the toxicity interaction of binary mixtures. *Methods X*. 7:1-6.
- Werck-Reichhart, D. & Feyereisen, R. (2000).** Cytochromes P450 : A success story. *Genome Biology, Reviews*. 1(6) 3003.1-3003.9.
- Wiens, A. W. & Gilbert, L. I. (1967).** The phosphorylase system of the silkworm, *Hyalophora cecropia*. *Comparative Biochemistry and Physiology*. 21(1): 145-159.
- Winston, G. W. & Di Giulio, R. T. (1991).** Prooxidant and antioxidant mechanisms in aquatic organisms. *Aquatic Toxicology*. 19(2): 137-161.
- Wolford, R. W., Kesterson, J. W. & Attaway, J. A. (1971).** Physicochemical properties of citrus essential oils from Florida. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 19(6): 1097-1105.
- Wyatt, G.R. (1967).** The biochemistry of sugars and polysaccharides in insects. *Advances in Insect Physiology*. 4: 287-360.

Y

- 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., 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.

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.

Yildirim, N. C., Benzer, F. & Danabas, D. (2011). Evaluation of environmental pollution at Munzur River of Tunceli applying oxidative stress biomarkers in *Capoeta trutta* (Heckel, 1843). *The journal of Animal & Plant Sciences*. 21(1): 66-71.

Yu, B.P. (1994). Cellular defenses against damage from reactive oxygen species. *Physiological Reviews*. 74: 139-162.

Z

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.

Zehnalek, J., Adam, V. & Kizek, R. (2004). Influence of heavy metals on production of protecting compounds in agriculture plants. *Listy Cukrovarnicke Reparske*. 120: 222 - 224.

Zibae, A. & Bandani, A.R. (2010). A study on the toxicity of a medicinal plant, *Artemisia annua* L. (Asteracea) extracts to the sunn pest, *Eurygaster integriceps* Puton (Hemiptera : Scutelleridae). *Journal of Plant Protection Research*. 50(1): 79-85.

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.

Zongo, J. O., Vincent, C. & Stewart, R. K. (1993). Effects of neem seed kernel extracts on egg and larval survival of the sorghum shoot fly, *Atherigona soccata* Rondani (Dipt., Muscidae). *Journal of Applied Entomology*. 115(1-5): 363-369.

ANNEXE

ANNEXE

PRODUCTION SCIENTIFIQUE

I. PUBLICATIONS INTERNATIONALES

1. **GUETTAL S, TINE S, TINE-DJEBBAR F & SOLTANI N.** (2020). Evaluation of *Citrus limonum* (Sapindales: Rutaceae) L. essential oil as protectant against the granary weevil, *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera: Curculionidae). *Allelopathy Journal* 51 (1) : 79-92. <https://doi.org/10.26651/allelo.j/2020-51-1-1292>
2. **GUETTALS, TINE S, HAMAIDIA K, TINE-DJEBBAR F & SOLTANI N.** (2020). 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*, Springer. <https://doi.org/10.1007/s42690-020-00353-y>
3. **GUETTAL S, TINE S, TINE-DJEBBAR F & SOLTANI N.** (2021). Repellency and toxicity of azadirachtin against granary weevil *Sitophilus granarius* L. (Coleoptera: Curculionidae). *Agriculture International*, Agraria Press, Ltd., 2021.hal-03169471.

II. OUVRAGE

1. **GUETTAL S, TINE S, TINE-DJEBBAR F & SOLTANI N.** (2021). Impact des biopesticides sur les ravageurs des denrées stockées. *Generis Publishing*. ISBN : 978-1-63902-335-6

III. COMMUNICATIONS INTERNATIONALES

1. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F.,** (2018). Etude de l'effet des huiles essentielles de *Citrus limonum* sur un ravageur coléoptère : *Sitophilus granarius* (L.) (Coléoptera : Curculionidae). Colloque international Bio-ressources et Economie bleue et verte (BEBV). Hammamet-Tunisie. (Communication affichée).
2. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F.,** (2018). Botanical Insecticide and its Effects on Insect Biochemistry. Colloque international Exposition aux faibles doses et aux mélanges. Interactions et modulations des effets (ATT). Monastir-Tunisie. (Communication affichée).
3. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F.,** (2018). Impact des huiles essentielles de *Citrus limon* sur le ravageur des denrées stockées, *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera : Curculionidae). Congrès international : les Rencontres de l'Agriculture et de la Biologie (RAB). Constantine-Algérie. (Communication affichée).
4. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F.,** (2018). Toxicité et pouvoir répulsif des huiles essentielles de *Citrus limonum* contre un ravageur des denrées stockées, *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera : Curculionidae). Conférence Internationale Francophone d'Entomologie (CIFE). Montpellier-France. (Communication affichée)

5. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Persistence and pesticidal potentials of *Citrus limonum* (L.) (Sapindales: Rutaceae) essential oil against *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera: Curculionidae). Séminaire international Agriculture 4.0 : Le Génie Rural au service de l'environnement (SIGRE). El harrach, Algérie. (Communication affichée).
6. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Effet combiné de deux biopesticides, l'azadirachtine et les huiles essentielles de *Citrus limon* sur un ravageur des denrées stockées, *Sitophilus granarius* L. (Coleoptera : Curculionidae). Séminaire International des Sciences Alimentaires (SISA). Constantine-Algérie. (Communication affichée).
7. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Utilisation des huiles essentielles pour la protection des grains contre les insectes ravageurs. Séminaire International sur l'Agroalimentaire (SIA). Guelma-Algérie. (Communication affichée).
8. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Etude de l'activité insecticide de l'extrait de *Ocimum basilicum* à l'égard d'une espèce de moustique *Culex pipiens* (Diptera : Culicidae). Séminaire International sur les maladies vectorielles en Afrique du Nord, risques et ripostes attestique (SIMAV1). M'sila-Algérie. (Communication affichée).
9. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Fumigation toxicity and repellent property of azadirachtin against stored-product pest *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera: Curculionidae). Colloque International Sécurité Alimentaire et Développement Durable en Milieu Semi-Aride. Sétif-Algérie. (Communication affichée).
10. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Chemical composition and insecticidal activity of essential oil from *Citrus limonum* (L.) (Sapindales: Rutaceae) against stored-product pest *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera: Curculionidae). International Conference on Bioanalysis: Food and Health. Mahdia-Tunisia. (Communication affichée).
11. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Larvicidal activity of *Ocimum basilicum* essential oil against the mosquito *Culex pipiens* (Diptera: Culicidae). International Conference on Bioanalysis: Food and Health. Mahdia-Tunisia. (Communication affichée).
12. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2019).** La lutte contre les insectes phytophages par les biopesticides. Colloque International sur la Lutte Biologique et Intégrée en Algérie (CILBIA1). Batna-Algérie. (Communication orale).
13. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2019).** Sublethal and lethal effects of *Citrus limonum* essential oil on energy reserves of stored-product pest, *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera: Curculionidae). Séminaire International Environnement et Toxicologie (SNENTOX). Constantine-Algérie. (Communication affichée).

IV. COMMUNICATION NATIONALES

1. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Etude de l'effet des huiles essentielles de *Citrus limonum* sur un ravageur coléoptère : *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera : Curculionidae). Journée Scientifique sur les Biotechnologies (JSB). M'sila-Algérie. (Communication affichée).
2. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Impact des huiles essentielles de l'*Ocimum basilicum* sur la morphométrie et les réserves énergétiques de *Culex pipiens* (Diptera : Culicidae). Séminaire National de Biochimie. Blida, Algérie. (Communication affichée).
3. **GUETTAL S., TINE S., TINE-DJEBBAR F., (2018).** Effet combiné de deux biopesticides sur un ravageur des denrées stockées, *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera : Curculionidae). Séminaire National Biologie Environnement et Santé (SNBES). Skikda -Algérie. (Communication affichée).

V. FORMATIONS

- Formation en Analyse Physico Chimique et Biologique « CRAPC-SFAPCB 8-20 Juillet 2017 » : Chromatographie en phase gazeuse (GC-FID) et chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS).
- Formation : Maîtrise des outils de recherche et d'accès à la documentation scientifique.
- Formation : Comment publier ?
- Formation : Création d'un document scientifique avec Latex.
- Formation : Software R.
- Formation : Logiciel Graphpad prism 7

VI. PROJET DE RECHERCHE

Membre dans un projet de recherche PRFU, intitulé " **Etude de l'impact des pratiques agricoles « Engrais et Pesticides » sur les organismes non visés et la recherche de nouvelles alternatives pour la protection des produits agricoles**"

Code : "D01N01UN120120180005"

Sous la direction du Dr. Tine Samir.