



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



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

Spécialité : Physiologie Animale

Thème

Effet des huiles essentielles et de leurs composés majoritaires sur certains ravageurs des stocks

Présentée par : Melle ABES Ibtissem Fatma Zahra

Les membres de jury :

Dr. BOUGUESSA Linda
Pr. TINE Samir
Pr. TINE-DJEBBAR Fouzia
Pr. LOUCIF Wahida
Pr. BOUHAFS Naziha
Dr. BENARFA Noudjoud

Président
Encadrant
Co-Encadrante
Examinatrice
Examinatrice
Examinatrice

U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi-Tébessa
U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi-Tébessa
U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi-Tébessa
U. Badji Mokhtar-Annaba
U. Badji Mokhtar-Annaba
U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi-Tébessa

Année Universitaire : 2025/2026

Remerciements

Avant tout, je rends grâce à Dieu, le Tout-Puissant, pour m'avoir accordé la force, la patience et le courage nécessaires à l'accomplissement de ce travail.

*J'adresse mes vifs et sincères remerciements à Madame ****BOUGUESSA Linda****, Maître de Conférences à l'Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi, qui m'a fait l'honneur d'accepter la présidence du jury de cette thèse.*

*Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et mes plus sincères remerciements à mon directeur de thèse, Monsieur ****Samir TINE****, Professeur à l'Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi, ainsi qu'à ma co-directrice, Madame ****Fouzia TINE-DJEBBAR****, Professeure à la même université, pour avoir encadré ce travail avec rigueur et bienveillance. Leurs conseils avisés, leurs remarques pertinentes et leurs encouragements constants ont été d'une aide précieuse tout au long de la réalisation de cette thèse.*

*Mes remerciements les plus respectueux s'adressent également à Madame ****Wahida AYAD-LOUCIF****, Professeure à l'Université d'Annaba, pour avoir accepté d'examiner ce travail et pour l'intérêt qu'elle y a porté.*

*Je remercie vivement Madame ****Noudjoud BE NARFA****, Maître de conférences à l'Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi, pour avoir accepté d'examiner ce travail malgré ses nombreuses responsabilités.*

*Je remercie également Madame ****Nazifa BOUHAFS****, Professeure à l'Université d'Annaba, pour avoir accepté d'examiner ce travail malgré ses nombreuses responsabilités.*

*Je souhaite exprimer ma profonde reconnaissance à l'équipe du **laboratoire de la Faculté de Pharmacie de l'Université de Camerino (Italie)** pour leur accueil chaleureux, leur disponibilité, ainsi que pour l'encadrement scientifique et le soutien technique apportés durant mon séjour de recherche.*

*Enfin, je tiens à adresser mes remerciements les plus sincères à mes **parents**, pour leur amour inconditionnel, leurs sacrifices, leur patience et leur soutien moral constant, sans lesquels ce travail n'aurait jamais pu voir le jour.*

Je remercie également toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce modeste travail et m'ont encouragée tout au long de ce parcours.

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES

TITRES	Pages
I. INTRODUCTION	01
II. MATERIEL ET METHODES	05
2.1. Présentation des insectes étudiés	05
2.1.1. Présentation de <i>Rhyzopertha dominica</i> (Fabricius, 1792)	05
2.1.2. Présentation de <i>Sitophilus granarius</i> (Linné, 1758)	07
2.2. Collecte et élevage des insectes	08
2.3. Présentation de la plante, <i>Eucalyptus globulus</i> (Labill, 1800)	09
2.4. Collecte de la plante et extraction des huiles essentielles	10
2.5. Analyse des HEs par CPG-SM	11
2.6. Présentation des molécules bioactives	13
2.6.1. Eucalyptol	13
2.6.2. β -Pinène	14
2.7. Formulation des microémulsions	14
2.7.1. Préparation des microémulsions	15
2.7.2. Caractérisation physico-chimique des microémulsions	15
2.8. Traitement et bioessais	16
2.8.1. Toxicité par fumigation	16
2.8.2. Test de répulsion	18
2.9. Extraction et dosage des constituants biochimiques	20
2.9.1. Dosage des protéines totales	20
2.9.2. Dosage des glucides totaux	21
2.9.3. Dosage des lipides totaux	22
2.10. Dosage des biomarqueurs physiologiques	22
2.10.1. Dosage de la Phosphatase alcaline (PAL)	22
2.10.2. Dosage de l'Aspartate Aminotransférase (AST)	22
2.10.3. Dosage de l'Alanine Aminotransférase (ALT)	22
2.11. Dosage des biomarqueurs enzymatiques	24
2.11.1. Dosage des estérases	24
2.11.2. Dosage de l'acétylcholinestérase	25
2.12. Analyses statistiques	26
III. RESULTATS	27
3.1. Rendement de l'huile essentielle	27
3.2. Composition chimique des huiles essentielles d' <i>Eucalyptus globulus</i>	27
3.3. Caractérisation des microémulsions	29
3.4. Essais toxicologiques	31
3.4.1. Activité insecticide sur <i>Rhyzopertha dominica</i>	31
3.4.2. Activité insecticide sur <i>Sitophilus granarius</i>	35
3.5. Effet répulsif des HEs et des molécules bioactives	39
3.5.1. Effet sur <i>Rhyzopertha dominica</i>	39
3.5.2. Effet sur <i>Sitophilus granarius</i>	40
3.6. Effet du traitement sur la composition biochimique	42
3.6.1. Effet sur le contenu en protéines	42
3.6.2. Effet sur le contenu en glucides	42
3.6.3. Effet sur le contenu en lipides	43
3.7. Effet du traitement sur les biomarqueurs physiologiques	44
3.7.1. Effet sur la phosphatase alcaline (PAL)	44
3.7.2. Effet sur l'alanine aminotransférase (TGP/ALAT)	44
3.7.3. Effet sur l'aspartate aminotransférase (TGO/ASAT)	45
3.8. Effet du traitement sur le biomarqueur de neurotoxicité	46
3.9. Effet du traitement sur les biomarqueurs de détoxification	46

IV. DISCUSSION	48
4.1. Rendement des huiles essentielles	48
4.2. Composition chimique des huiles essentielles d' <i>Eucalyptus globulus</i>	50
4.3. Caractérisation des microémulsions	53
4.4. Activité insecticide des traitements	58
4.5. Activité répulsive des traitements	62
4.6. Effet du traitement sur la composition biochimique	65
4.6.1. Effet sur les protéines	66
4.6.2. Effet sur les glucides	68
4.6.3. Effet sur les lipides	69
4.7. Effet du traitement sur les biomarqueurs physiologiques	70
4.8. Effet du traitement sur les biomarqueurs enzymatiques	72
4.8.1. Effet sur les estérases	72
4.8.2. Effet sur l'acétylcholinestérase	73
V. CONCLUSION ET PERSPECTIVES	75
VI. RESUME	77
VII. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	80
VIII. ANNEXES	115
PRODUCTION SCIENTIFIQUE	115

LISTE DES TABLEAUX

Tableaux	Titres	Pages
Tableau 1	Caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques d'Eucalyptol (Koziol, 2015).	13
Tableau 2	Caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques de β -Pinène.	14
Tableau 3	Concentrations des HEs et des MBs appliquées sur <i>Rhyzopertha dominica</i> .	17
Tableau 4	Concentrations des HEs et des MBs appliquées sur <i>Sitophilus granarius</i> .	17
Tableau 5	Rendement et caractéristiques organoleptiques des HEs extraites d' <i>Eucalyptus globulus</i> (feuilles et fruits).	27
Tableau 6	Composition chimique des HEs d' <i>Eucalyptus globulus</i> (feuilles et fruits): indice de rétention (IR) et concentrations (%) des différents constituants.	28
Tableau 7	Propriétés physico-chimiques des EO-MEs des feuilles et fruits d' <i>Eucalyptus globulus</i> et MB-MEs de 1,8 cinéole et β -pinène.	31
Tableau 8	Efficacité des huiles essentielles d' <i>Eucalyptus globulus</i> extraites des feuilles et des fruits, de leurs monoterpènes appliqués séparément et en combinaison, ainsi que de leur microémulsion, sur les adultes de <i>R. dominica</i> : analyse de probit.	34
Tableau 9	Efficacité des huiles essentielles d' <i>Eucalyptus globulus</i> extraites des feuilles et des fruits, de leurs monoterpènes appliqués séparément et en combinaison, ainsi que de leur microémulsion, sur les adultes de <i>S. granarius</i> : analyse de probit.	36

TABLE DES FIGURES

LISTE DES FIGURES

Figures	Titres	Pages
Figure 1	Adulte de <i>Ryzopertha dominica</i> (Photos personnelles).	06
Figure 2	Adulte de <i>Sitophilus granarius</i> (Photos personnelles).	08
Figure 3	Arbre, feuilles et fruits d' <i>Eucalyptus globulus</i> (Photos personnelles).	10
Figure 4	Extraction et rendement de l'huile essentielle d' <i>Eucalyptus globulus</i> (Photos personnelles).	11
Figure 5	Préparation des microémulsions.	15
Figure 6	Toxicité par fumigation.	18
Figure 7	Test de répulsion	19
Figure 8	Extraction et dosage des constituants biochimiques.	22
Figure 9	Dosage des biomarqueurs physiologiques PAL, ALT et AST.	24
Figure 10	Dosage des biomarqueurs enzymatiques (Estérases, Acétylcholinestérase).	26
Figure 11	Pourcentage des principaux constituants des HEs des feuilles et des fruits d' <i>Eucalyptus globulus</i> .	29
Figure 12	Image au microscope à lumière polarisée d'une ME correcte (A) et d'une ME turbite (B).	30
Figure 13	Traces de diffusion dynamique de la lumière (DLS) des HE-MEs des feuilles et des fruits (A), des MB-MEs de 1,8 cinéole (B), de β -pinène (C) et du témoin (D).	31
Figure 14	Efficacité des HEs des feuilles (HE F) et des fruits (HE FR) d' <i>E. globulus</i> , de leurs constituants, eucalyptol (E) et β -pinène (B), appliqués séparément et en combinaison (E+B) et de leurs microémulsions sur les adultes de <i>R. dominica</i> : mortalité corrigée (moyenne $\pm$ SE, n = 5-7 répétitions contenant chacune 10 adultes).	33
Figure 15	Efficacité des HEs des feuilles (HE F) et des fruits (HE FR) d' <i>E. globulus</i> (feuilles et fruits), de leurs constituants, l'eucalyptol (E) et le β -pinène (β), appliqués séparément et en combinaison (E+ β) et de leurs microémulsions sur les adultes de <i>S. granarius</i> : mortalité corrigée (moyenne $\pm$ SEM, n = 5-7 répétitions contenant chacune 10 adultes).	38
Figure 16	Pourcentage de répulsion (PR) et concentration répulsive 50 (RC ₅₀) de l'huile essentielle d' <i>Eucalyptus globulus</i> (EGEO), de leurs monoterpènes, l'eucalyptol et le β -pinène, appliqués séparément et en combinaison (E+ β) et de leurs microémulsions contre les adultes de <i>R. dominica</i> (moyenne $\pm$ SEM, n = 4 répétitions contenant chacune 10 adultes) * Différence statistiquement significative par rapport au témoin (p < 0,05).	40
Figure 17	Pourcentage de répulsion (PR) et concentration répulsive 50 (RC ₅₀) de l'huile essentielle d' <i>Eucalyptus globulus</i> (EGEO), de ses monoterpènes, eucalyptol et β -pinène, appliqués séparément et en combinaison (E+ β) et de leurs microémulsions contre les adultes de <i>S. granarius</i> (moyenne $\pm$ écart moyen, n = 4 répétitions contenant chacune 10 adultes) * Différence statistiquement significative par rapport au témoin (p < 0,05).	41
Figure 18	Effet seul et combiné des molécules bioactives sur le contenu en protéines (μ g/individu) chez <i>R. dominica</i> et <i>S. granarius</i> (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).	42

Figure 19	Effet seul et combiné des molécules bioactives sur le contenu en glucides ($\mu\text{g}/\text{individu}$) chez <i>R. dominica</i> et <i>S. granarius</i> (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).	43
Figure 20	Effet seul et combiné des molécules bioactives sur le contenu en lipides ($\mu\text{g}/\text{individu}$) chez <i>R. dominica</i> et <i>S. granarius</i> (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).	43
Figure 21	Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de la PAL (U/mg de protéines) chez <i>R. dominica</i> et <i>S. granarius</i> (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).	44
Figure 22	Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de l'ALAT (U/mg de protéines) chez <i>R. dominica</i> et <i>S. granarius</i> (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).	45
Figure 23	Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de l'ASAT (U/mg de protéines) chez <i>R. dominica</i> et <i>S. granarius</i> (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).	45
Figure 24	Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de l'ACHé ($\mu\text{M}/\text{min}/\text{mg}$ de protéines) chez <i>R. dominica</i> et <i>S. granarius</i> (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).	46
Figure 25	Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de l' α et β -estérase (U/mg de protéines) chez <i>R. dominica</i> et <i>S. granarius</i> (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).	47

INTRODUCTION

I. INTRODUCTION

Nourrir neuf milliards d'humain à l'horizon 2050, tout en préservant notre planète est le défi majeur auquel l'agriculture mondiale est confrontée aujourd'hui (Regnault-Roger, 2014). Par ailleurs, les céréales constituent la base de l'alimentation humaine à l'échelle mondiale et occupent une place stratégique en Algérie, où le blé dur et le blé tendre représentent des éléments centraux du régime alimentaire, avec des enjeux sociaux, économiques et politiques majeurs (Ammar, 2014). À l'échelle mondiale, on estime qu'environ 35 % de la population dépend du blé comme principale culture vivrière, plus des deux tiers de la production mondiale étant destinés à la consommation humaine, tandis qu'environ un cinquième est utilisé pour l'alimentation animale (Grote *et al.*, 2021). Le blé se caractérise par une valeur nutritionnelle élevée, étant principalement composé de 75 à 80 % de glucides, de 9 à 18 % de protéines, de fibres, de vitamines (notamment celles du groupe B), ainsi que de calcium, de fer et de divers macro- et micronutriments (Igrejas *et al.*, 2020). La production céréalière est de nature saisonnière, pour cela, la conservation post-récolte est indispensable afin d'assurer la disponibilité continue des grains entre la récolte et la consommation (Waongo *et al.*, 2013). Le stockage des céréales vise ainsi à préserver, sur une période donnée, la quantité et la qualité des grains dans des conditions appropriées, tout en limitant les pertes et les dégradations (Charmet, 2014).

Toutefois, en l'absence de conditions adéquates, d'importantes pertes post-récolte sont enregistrées, principalement dues aux insectes ravageurs. Ces infestations entraînent des pertes quantitatives pouvant atteindre 10 à 40 % du poids des céréales stockées, ainsi que des pertes qualitatives caractérisées par une diminution de la valeur nutritionnelle, notamment de la teneur en protéines, et par une altération de la qualité sanitaire liée au développement de micro-organismes producteurs de toxines (Aoues *et al.*, 2017).

La protection des céréales stockées repose sur l'utilisation d'insecticides de synthèse. Cependant, l'usage intensif et prolongé de ces produits a conduit au développement de résistance chez les insectes ravageurs (Ayvaz *et al.*, 2009), ainsi qu'à l'accumulation de résidus toxiques dans l'eau, les aliments, l'air et le sol (Tiryaki *et al.*, 2010). Ces insecticides présentent également des effets néfastes sur les organismes non ciblés et les écosystèmes (Damalas *et al.*, 2011), tout en posant de sérieux risques pour la santé humaine (Hernández *et al.*, 2013a). Dans ce contexte, les bio-insecticides d'origine naturelle ont été proposés comme des alternatives durables aux pesticides de synthèse dans les secteurs de l'agriculture et de la

santé publique (Khater, 2012).

Parmi ces alternatives, les huiles essentielles s'inscrivent dans le concept de « pesticides verts », qui englobe l'ensemble de substances naturelles capables de réduire les populations de ravageurs tout en limitant les impacts environnementaux et sanitaires. Les huiles essentielles jouent ainsi un rôle important dans la lutte contre les ravageurs, notamment dans les systèmes de production biologique à l'échelle mondiale (Attia *et al.*, 2013), bien que ces insecticides botaniques ne représentent actuellement qu'une faible proportion du marché mondial des insecticides. Néanmoins, leur utilisation suscite un intérêt croissant en raison de leur impact nettement moindre sur l'environnement et la santé humaine comparativement aux pesticides de synthèse (Rozman *et al.*, 2007).

Il a été rapporté qu'environ 17 500 espèces de plantes aromatiques poussent dans le monde, principalement dans les régions tropicales, et que plus de 3 000 constituants ont été identifiés (Maddocks-Jennings *et al.*, 2005). Parmi celles-ci, environ 300 huiles essentielles sont exploitées commercialement dans les industries pharmaceutique, cosmétique et de la parfumerie, ainsi que dans le domaine des pesticides (Sparagano *et al.*, 2013). Les familles végétales les plus riches en huiles essentielles comprennent notamment les Apiaceae, Asteraceae, Combretaceae, Geraniaceae, Gramineae, Lamiaceae, Myrtaceae, Meliaceae, Piperaceae, Rutaceae, Verbenaceae et Zingiberaceae (Bhattarai *et al.*, 2004).

L'activité insecticide des huiles essentielles est principalement attribuée à leurs constituants bioactifs, notamment les monoterpènes, les sesquiterpènes et les phénylpropènes. Les huiles essentielles peuvent être utilisées directement ou sous forme de principes actifs, seules ou comme coadjuvants dans des formulations pesticides. Elles peuvent exercer des effets multiples sur les insectes ravageurs en affectant leurs principales fonctions métaboliques, biochimiques, physiologiques et comportementales (Mann & Kaufman, 2012). Elles peuvent également bloquer les voies respiratoires, entraînant une asphyxie suivie de la mort des insectes (Rotimi *et al.*, 2011). Ces composés présentent ainsi une large gamme de modes d'action, incluant des effets toxiques, fumigatoires, répulsifs, antialimentaires, ovicides ou attractifs (Werding-Gonzalez *et al.*, 2008). Par ailleurs, la majorité des huiles essentielles perturbent l'intégrité des membranes cellulaires, tandis que certaines exercent des effets neurotoxiques par interaction avec des neurotransmetteurs tels que le GABA et l'octopamine, ou par inhibition de l'acétylcholinestérase (Tirakm *et al.*, 2015). D'autres peuvent également potentialiser l'action de composés insecticides en inhibant les cytochromes P450, impliqués

dans les mécanismes de détoxification chez les insectes (Poirot, 2016).

Malgré leur fort potentiel insecticide, l'application des huiles essentielles reste limitée par certaines contraintes, notamment leur forte volatilité, leur faible solubilité dans l'eau et leur sensibilité à l'oxydation, qui affectent leur stabilité, leur persistance et leur efficacité biologique (Marrio *et al.*, 2002). Afin de surmonter ces limitations, des formulations phytosanitaires à base aqueuse, telles que les microémulsions et les nanoémulsions, ont émergé comme une approche innovante et prometteuse. Ces systèmes permettent de protéger les huiles essentielles contre la dégradation, d'augmenter leur demi-vie résiduelle par la réduction de l'évaporation et d'assurer une libération contrôlée des composés actifs, tout en facilitant leur application (Martin *et al.*, 2010). De plus, la réduction de la taille des particules confère aux nanoformulations une surface spécifique élevée, une meilleure solubilité et une mobilité accrue, tout en présentant une faible toxicité pour les mammifères (Kah, 2013).

Dans ce contexte, les microémulsions à base d'huiles essentielles ont suscité un intérêt croissant ces dernières années, en lien avec le développement des nanotechnologies. Les microémulsions sont des systèmes isotropes, thermodynamiquement stables, constitués d'huile, d'eau et d'un surfactant, avec des tailles de domaines dispersés comprises entre 10 et 50 nm. Elles peuvent être classées en microémulsions huile-dans-eau, eau-dans-huile ou bicontinues, et présentent des avantages notables tels qu'une faible tension interfaciale, une grande surface de contact et une capacité à véhiculer des composés lipophiles et hydrophiles (Mitsou *et al.*, 2018).

Au cours des dernières décennies, de nombreuses études ont démontré l'activité insecticide des huiles essentielles et leur potentiel en tant que bio-insecticides contre des ravageurs d'importance économique (Carrasco *et al.*, 2019). La présente étude s'inscrit dans une dynamique de recherche visant à valoriser les huiles essentielles et leurs constituants bioactifs comme alternatives durables et respectueuses de l'environnement aux insecticides de synthèse pour la gestion des insectes ravageurs des céréales stockées. Dans ce contexte, notre travail s'est particulièrement intéressé à *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius*, deux ravageurs majeurs des denrées céréalieres stockées, en évaluant l'efficacité insecticide et les effets physiologiques de différentes formulations à base d'huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus*.

Dans **une première partie**, l'étude a été consacrée à l'évaluation de la toxicité par fumigation et du potentiel répulsif des huiles essentielles extraites des feuilles et des fruits, ainsi que de leurs principaux constituants bioactifs, l'eucalyptol et le β -pinène, testés à l'état pur et sous forme de combinaisons binaires, chez les adultes de *R. dominica* et *S. granarius*. Par ailleurs, l'impact de formulations innovantes sous forme de microémulsions a également été examiné pour l'ensemble des traitements en toxicité et en répulsion, afin d'évaluer l'amélioration de l'efficacité biologique liée à ces systèmes de vectorisation.

La deuxième partie a porté sur l'étude des effets létaux (CL_{25} et CL_{50}) des molécules bioactives seules et combinées, sur les réserves énergétiques (protéines, glucides et lipides) chez les adultes de *R. dominica* et *S. granarius*, dans le but de mieux comprendre les perturbations métaboliques induites par ces composés.

La troisième partie visait à analyser l'effet de ces traitements (seuls et combinés) sur différents biomarqueurs physiologiques, notamment la glutamate-pyruvate transaminase (TGP), la glutamate-oxaloacétate transaminase (TGO) et la phosphatase alcaline (PAL).

Enfin, **la quatrième partie** a été consacrée à l'évaluation des effets des molécules bioactives, seules et en combinaison, sur un biomarqueur de neurotoxicité, l'acétylcholinestérase (AChE), ainsi que sur des enzymes de détoxification, notamment les estérases, permettant ainsi de mieux élucider les mécanismes d'action biochimiques impliqués dans la toxicité observée chez *R. dominica* et *S. granarius*.

MATERIEL ET METHODES

II. MATERIEL ET METHODES

2.1. Présentation des insectes étudiés

2.1.1. Présentation de *Rhyzopertha dominica* (Fabricius, 1792)

Le capucin des grains, *Rhyzopertha dominica* est un coléoptère cosmopolite appartenant à la famille des Bostrichidae et au genre monotypique *Rhyzopertha*. Cet insecte, de petite taille, mesure entre 2,2 et 3 mm de longueur et se distingue par un prothorax qui recouvre entièrement sa tête (Delobel & Tran, 1993). Son cycle de développement, dure environ 75 jours à une température de 27 °C et une humidité relative de 70 %. Le cycle de vie comprend quatre étapes : œuf, larve, nymphe et adulte (Lepesme, 1944).

Œuf

Les œufs de *Rhyzopertha dominica* sont pondus soit individuellement, soit en grappes de 20 à 30 œufs, souvent à la surface des grains ou dans des crevasses. Ils mesurent environ 0,6 mm de long et 0,2 mm de diamètre et sont d'abord blancs, puis deviennent rosés ou brunâtres avant d'éclore. Une femelle peut pondre de 200 à 500 œufs au cours de sa vie, selon les conditions environnementales. La durée d'incubation des œufs varie de 5 jours à 36 °C à 32 jours à 18,1 °C (Potter, 1935). Par ailleurs, des études antérieures ont montré que la fécondité des femelles, influencée par des facteurs tels que la température, l'humidité et les propriétés physiques de la nourriture (Thompson, 1966).

Larve

La larve de *Rhyzopertha dominica* est très active et se déplace rapidement dans les grains (Winterbottom, 1922). Elle se nourrit de céréales en mâchant les dégâts causés par les adultes et reste à l'intérieur du grain jusqu'à la nymphose et l'émergence des adultes. La larve passe par quatre stades, le premier étant caractérisé par une épine médiane terminale. Le deuxième stade est de forme similaire mais plus grand, mesurant environ 1,1 mm de longueur et 0,17 mm de diamètre de la capsule céphalique (Potter, 1935). Aux troisième et quatrième stades, la larve devient immobile, avec un corps incurvé, scarabéiforme et une tête marron clair (Winterbottom, 1922). La larve du quatrième stade complètement développée atteint environ 3,2 mm de longueur et le diamètre de la capsule céphalique est de 0,41 mm. La durée de développement larvaire dépend des conditions environnementales. Par exemple, à 70% d'humidité relative, le développement larvaire dure 30 jours à 28°C et 46 jours à 25°C (Potter, 1935).

Nymphe

Le stade pronymphal de *Rhyzopertha dominica* ne s'alimente pas. Il est relativement immobile et se caractérise par un corps cylindrique et allongé mesurant 3,15 mm de long, avec une tête étendue ressemblant à une extrusion induite par la pression (Potter, 1935). Ce stade est court, il dure environ 1,5 jour. Les nymphes sont exarées, avec des appendices libres et des mouvements abdominaux limités. D'abord blanches, elles développent une pigmentation brune au niveau des yeux et des pièces buccales en vieillissant (Winterbottom, 1922). Le développement de la nymphe dépend de la température, il prend environ 8 jours à 25°C et 5-6 jours à 28°C avec une humidité relative de 70%. Des conditions optimales de 34°C, 70% d'humidité relative et 14% d'humidité du grain réduisent le développement de la nymphe à 4 jours (Birch, 1953).

Adulte

Les adultes nouvellement formés émergent du grain en mâchant la couche externe du grain et peuvent rester sans nourriture pendant environ 3 à 5 jours après l'émergence (Schwardt, 1933). Le coléoptère adulte mesure 2-3 mm de long et 0,8-1 mm de large. Le poids corporel frais varie de 0,99 à 1,38 mg (Edde & Phillips, 2006b). L'insecte est de couleur brun rougeâtre à brun foncé (Fig. 1).

La position systématique de *Rhyzopertha dominica* selon Lapesme (1944) est la suivante :

- **Règne** : Animalia
- **Embranchement** : Arthropoda
- **Sous-embranchement** : Hexapoda
- **Classe** : Insecta
- **Ordre** : Coleoptera
- **Famille** : Bostrichidae
- **Genre** : *Rhyzopertha*
- **Espèce** : *Rhyzopertha dominica* (Fabricius, 1792)



Figure 1. Adulte de *Ryzopertha dominica* (Photos personnelles).

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

Sitophilus granarius (L.), communément appelé charançon des céréales, est un coléoptère de la famille des Curculionidae et un ravageur primaire des céréales stockées (Mew & Misra, 1994). Ce ravageur peut causer des dommages importants à la plupart des cultures céréalières, y compris le blé, l'orge, l'avoine et le seigle (Navarro & Noyes, 2001). Le cycle de vie du charançon des céréales comprend quatre stades : œuf, larve, nymphe et adulte.

Œuf

La femelle utilise son rostre pour percer un petit trou dans le grain, y dépose un œuf et scelle l'ouverture avec une sécrétion mucilagineuse qui durcit à l'air libre (Plarre, 2013). Une femelle peut pondre entre 150 et 250 œufs au cours de sa vie, à raison de 2 à 3 œufs par jour en fonction des conditions environnementales (Mason, 2012). Les œufs éclosent généralement au bout de 8 à 11 jours à 18-20°C, libérant des larves blanches et sans pattes qui commencent immédiatement à se nourrir de l'endosperme du grain (Longstaff, 1981).

Larve

Les larves se développent entièrement dans le grain, achevant leur croissance dans un environnement protégé. Elles subissent quatre mues au cours d'une période de développement de 6 à 8 semaines, en fonction des niveaux de température et d'humidité (Beckett *et al.*, 2007). Étant endophages, les larves ne quittent jamais le grain et consomment son contenu interne jusqu'à ce qu'elles soient prêtes à se nymphoser (Rees, 2004).

Nymphe

La nymphose a lieu à l'intérieur du grain. La durée du stade nymphal varie avec la température, elle est d'environ 8 jours à 25°C et de 5-6 jours à 28°C. Les nymphes sont d'abord blanchâtres mais développent une pigmentation brune au niveau des yeux et des pièces buccales au fur et à mesure de leur maturation (Winterbottom, 1922). Les conditions optimales pour un développement rapide sont une température de 30°C, une humidité relative de 70% et un taux d'humidité des grains de 14%, ce qui permet d'achever la nymphose en seulement 4 jours (Birch, 1953).

Adulte

Les adultes mesurent environ 3-4 mm de long, avec une coloration brun foncé, un rostre allongé et un corps ovale (Gerozisis *et al.*, 2008) (Fig. 2). Ils émergent des grains après 5 à 16 jours, complètement développés, et peuvent vivre pendant 7 à 8 mois dans les conditions de stockage (Hagstrum *et al.*, 2012). Les charançons adultes sont granivores et capables de voler, souvent à la recherche de nouvelles réserves de grains pour se reproduire (Mason &

McDonough, 2012). A des températures plus basses, telles que 15°C et 11,3% d'humidité des grains, le cycle de vie complet peut s'étendre à 6 mois (Mason & McDonough, 2012).

La position systématique du charançon du blé est la suivante :

- **Règne** : Animalia
- **Embranchement** : Arthropoda
- **Classe** : Insecta
- **Ordre** : Coleoptera
- **Famille** : Curculionidae
- **Genre** : Sitophilus
- **Espèce** : *Sitophilus granarius* (L.)



Figure 2. Adulte de *Sitophilus granarius* (Photos personnelles).

2.2. Collecte et élevage des insectes

Les adultes de *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius* ont été obtenus de l'Office Algérien Interprofessionnel des Céréales (OAIC), situé à El Aouinet dans la région de Tébessa. Après leur collecte, le tri des insectes a été réalisé au Laboratoire Eau et Environnement de l'Université de Tébessa à l'aide d'un tamis de 2 mm et du papier filtre blanc. Afin de favoriser une reproduction de masse, des adultes mâles et femelles des deux espèces ont été introduits dans des bocaux en plastique contenant des grains de blé (1kg). L'élevage est maintenu à une température de 30°C avec une humidité relative de 70%. Les adultes nouvellement émergés sont utilisés pour les différentes parties de nos expérimentations.

2.3. Présentation de la plante, *Eucalyptus globulus* (Labill, 1800)

Eucalyptus, connu en Algérie sous le nom de Calitouss, est particulièrement apprécié pour sa capacité à assécher rapidement les sols marécageux, éliminant ainsi les habitats des insectes vecteurs de maladies comme le paludisme (Darroui-Mokaddem, 2012). Grâce à sa croissance rapide, son parfum aromatique qui repousse les insectes, et sa capacité à absorber l'humidité, il a été introduit dans les zones méditerranéennes pour assainir les terrains marécageux.

Eucalyptus globulus, appartenant à la famille des Myrtacées, est un arbre à feuilles persistantes à croissance rapide qui peut atteindre une hauteur de 30 à 60 mètres. Cette espèce possède principalement des feuilles persistantes, falciformes et dotées de glandes à huile (Fig. 3). Les jeunes feuilles sont cireuses, ovales et disposées de manière opposée, mesurant de 6 à 15 cm, tandis que les feuilles matures sont alternes, étroites, pétiolées et longues de 15 à 35 cm, de couleur vert foncé (Koziol, 2015). Ses fleurs, visibles au printemps, émergent de l'aisselle des feuilles et se caractérisent par un calice à structure striée, en forme de sommet, recouvert d'un opercule qui se détache à la floraison pour exposer de nombreuses étamines (Koziol, 2015). Les fruits bruns et secs sont coniques, de 1,5 à 2,5 cm de diamètre, avec 3 à 5 chambres formant une ouverture en forme d'étoile qui libère des graines sombres en tombant (Koziol, 2015).

Eucalyptus globulus est originaire d'Australie, où il domine 95 % des forêts, il a été largement introduit, prospérant dans les régions méditerranéennes d'Europe, d'Afrique du Nord et au-delà, y compris en Amérique du Sud, en Afrique du Sud et dans certaines parties de l'Asie.

La classification systématique d'*Eucalyptus globulus* est la suivante :

Règne : Plantae

Sous règne : Tracheobionta

Division : Magnoliophyta

Classe : Dicotylédones

Sous-classe : Rosidae

Ordre : Myrtales

Famille : Myrtaceae

Genre : *Eucalyptus*

Espèce : *Eucalyptus globulus* Labill, 1800



Figure 3. Arbre, feuilles et fruits d'*Eucalyptus globulus* (Photos personnelles).

2.4. Collecte de la plante et extraction des huiles essentielles

En novembre 2022, les feuilles et les fruits d'*Eucalyptus globulus* ont été récoltés dans la région de Tébessa (Nord-Est d'Algérie). Ils ont été soigneusement nettoyés pour éliminer les impuretés, telles que les particules de sol et les contaminants environnementaux. Après le rinçage, les feuilles et les fruits ont été séchés à l'air libre, dans un endroit ombragé et à l'abri de la lumière directe du soleil, afin de préserver leurs composés bioactifs volatils et d'éviter toute dégradation thermique ou photochimique. Une fois séchées, 50 grammes de notre matériel végétal d'*Eucalyptus globulus* ont été soumis à un processus d'extraction par hydrodistillation. Les feuilles et les fruits ont été placés dans un ballon à fond rond d'une capacité d'un litre, équipé de trois cols pour permettre une circulation optimale de la vapeur. Le mélange a été préparé en ajoutant 500 ml d'eau distillée au matériel végétal, afin de garantir une extraction efficace des composés hydrophobes. Le dispositif a été complété par une colonne de distillation de 60 cm de longueur, permettant la condensation et la récupération des huiles essentielles volatiles. Le chauffage a été progressivement augmenté jusqu'à atteindre une température proche de 100°C, température à laquelle la vapeur d'eau entraîne les composés aromatiques des feuilles et des fruits vers le condenseur (Fig. 4).

Pendant l'extraction, le mélange a été maintenu en ébullition pendant deux heures. La vapeur produite a circulé à travers le col du cygne pour atteindre un réfrigérant, où elle s'est rapidement condensée en liquide avant d'être recueillie dans une ampoule de décantation. Les huiles essentielles obtenues ont été séparées et filtrées à l'aide de sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4), un agent desséchant utilisé pour éliminer toute trace d'eau résiduelle. Une fois

purifiées, les huiles ont été transférées dans un flacon en verre ambré, hermétiquement scellé pour éviter toute évaporation ou contamination. Pour protéger les composés photosensibles de la dégradation induite par la lumière, le flacon a été enveloppé de papier aluminium. Afin de préserver l'intégrité chimique et la stabilité des huiles, elles ont été stockées à une température constante de 4°C.

Le rendement en huile essentielle (HE) est défini comme le rapport entre la masse d'HE extraite et la masse de biomasse végétale initiale. Ce rapport est exprimé en pourcentage (%) et peut être calculé à l'aide de la formule suivante :

$$R = [\Sigma P B / \Sigma P A] \times 100$$

R : Rendement en huile (%).

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

PB : Poids de l'huile en g.

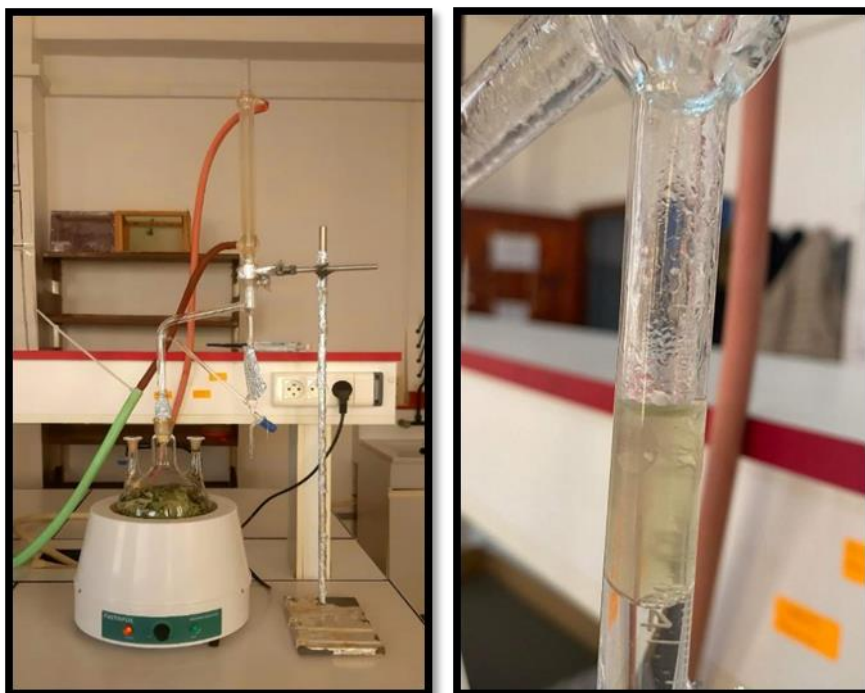


Figure 4. Extraction et rendement de l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* (Photos personnelles).

2.5. Analyse des HEs par CPG-SM

La composition chimique des huiles essentielles (HEs) a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-SM), une

technique analytique de pointe largement utilisée pour l'identification et la quantification des composés organiques volatils. Cette méthode combine la séparation des molécules par chromatographie en phase gazeuse avec leur détection et leur caractérisation par spectrométrie de masse, offrant ainsi une analyse précise et fiable des constituants chimiques de l'huile essentielle.

Les analyses ont été réalisées aux laboratoires spécialisés de la Faculté de Pharmacie de l'Université de Camerino (Camerino, Italie). La CPG-SM a permis d'établir un profil détaillé des composés présents dans l'huile essentielle, incluant leur nature chimique, leur concentration relative et leur contribution aux propriétés biologiques et organoleptiques de l'HE. Les équipements utilisés comprenaient un chromatographe en phase gazeuse Agilent 6890 N, couplé à un spectromètre de masse à quadripôle simple (modèle 5973 N), ainsi qu'un auto-échantillonneur Agilent 7863, tous fournis par Agilent Technologies (Wilmington, DE). La séparation des composés présents dans l'huile essentielle a été effectuée en utilisant deux types de colonnes capillaires distinctes, chacune offrant des caractéristiques de polarité spécifiques pour optimiser l'identification des composés chimiques. La première colonne, HP-5MS (5 % phénylméthylpolysiloxane), mesurait 30 mètres de longueur avec un diamètre interne de 0,25 mm et une épaisseur de film de 0,1 μm (J & W Scientific, Folsom, CA). Cette colonne est particulièrement adaptée à l'analyse des composés semi-volatils et non polaires. La seconde colonne, DB-WAX (polyéthylène glycol), avait également une longueur de 30 mètres et un diamètre interne de 0,25 mm, mais avec une épaisseur de film de 0,25 μm (J & W Scientific, Folsom, CA). Cette colonne, de nature polaire, est idéale pour séparer et analyser les composés oxygénés tels que les alcools, les aldéhydes et les esters, souvent prédominants dans les huiles essentielles.

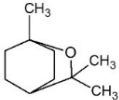
Les paramètres opératoires ont été soigneusement optimisés pour garantir des résultats fiables. L'injection des échantillons s'est faite en mode split, permettant une introduction précise d'une petite quantité d'huile essentielle dans le système. La température initiale du four du chromatographe a été programmée pour commencer à une température basse, avec une montée progressive, afin de séparer efficacement les composés en fonction de leur volatilité. Le spectromètre de masse a fonctionné en mode scan complet, couvrant une plage de masses allant de 35 à 500 m/z , ce qui a permis de détecter un large éventail de composés, même ceux présents en très faible concentration. L'identification des composés a été réalisée en comparant les spectres de masse obtenus avec ceux figurant dans des bases de données spectrales internationales, telles que NIST et Wiley, ainsi qu'en utilisant les indices de rétention déterminés sur les deux colonnes (Adams, 2007).

2.6. Présentation des molécules bioactives

2.6.1. Eucalyptol

L'eucalyptol, également désigné sous le nom de 1,8-cinéole, est un composé organique naturel et incolore appartenant à la classe des monoterpènes, caractérisé par sa structure d'éther cyclique (Paul, 2007). Ce composé constitue l'élément principal et le plus significatif des huiles essentielles extraites d'Eucalyptus (Aparicio *et al.*, 2007). Il est omniprésent dans presque toutes les huiles essentielles dérivées des Eucalyptus cultivés à travers le monde. Des recherches approfondies ont révélé que sa concentration varie considérablement selon les échantillons, allant de moins de 50 % dans certains cas à plus de 80 % dans d'autres (Almas *et al.*, 2021). Cette molécule bioactive est utilisée pour ses propriétés antimicrobiennes (Silva *et al.*, 2011), pour ses propriétés anti-inflammatoires (Juergens *et al.*, 2020), pour ses propriétés antioxydantes (Silva *et al.*, 2011) et pour ses activités insecticides (Pavela, 2015).

Tableau 1. Caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques d'Eucalyptol (Kozioł, 2015).

Molécule	Formule	Structure Chimique	Densité	Aspect	Odeur
Eucalyptol (1,8-Cineole)	$C_{10}H_{18}O$		0,905 à 0,925	Liquide mobile limpide et incolore	Forte, fraîche, odeur d'un baume

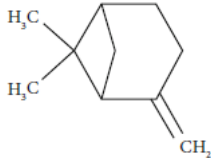
2.6.2. β -Pinène

Le β -Pinène ($C_{10}H_{16}$) (Fig. 3) est un monoterpène bicyclique de la famille des hydrocarbures terpénoïdes, caractérisé par une double liaison et une structure chimique rigide (Winnacker, 2018). Ce composé organique se présente sous la forme d'un liquide incolore, lipophile et volatil, soluble dans les huiles mais insoluble dans l'éthanol et l'eau. Son point d'ébullition se situe entre 163 et 166 °C, ce qui en fait un composé relativement stable à température ambiante. Le β -Pinène est principalement obtenu par des procédés industriels tels que la distillation fractionnée ou la conversion catalytique de l' α -pinène, un isomère structural largement disponible dans les résines de conifères (Berger, 2007).

Le β -Pinène est une molécule bioactive largement répandue dans la nature. C'est un constituant majeur des huiles essentielles de nombreuses espèces de conifères. Il est également présent dans des plantes aromatiques couramment utilisées en phytothérapie et en

aromathérapie, telles que le romarin (*Rosmarinus officinalis*), le basilic (*Ocimum basilicum*) et la menthe (*Mentha spp.*) (Bakkali *et al.*, 2008). Le β -Pinène est un composé polyvalent, doté d'un large éventail de propriétés biologiques. Il a démontré des effets antimicrobiens, anti-inflammatoires, antioxydants et anxiolytiques, ce qui en fait un candidat prometteur pour des applications thérapeutiques (Thibeault & Christina, 2023). En agriculture, le β -Pinène est reconnu pour ses propriétés bioinsecticides (Isman, 2006). Contrairement aux pesticides synthétiques, le β -Pinène présente l'avantage de se décomposer rapidement dans l'environnement, minimisant ainsi les risques de pollution des sols et des eaux. Sa sélectivité envers les organismes cibles réduit également sa toxicité pour les espèces non ciblées, ce qui en fait une alternative écologique prometteuse (Pavela, 2015).

Tableau 2. Caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques de β -Pinène.

Molécule	Formule	Structure Chimique	Densité	Aspect	Odeur
β -Pinène	$C_{10}H_{16}$		0,998203	Liquide mobile limpide presque incolore	Odeurs de persil, de basilic ou encore d'aneth

2.7. Formulation des microémulsions

2.7.1. Préparation des microémulsions

La formulation et la préparation des microémulsions ont été faites selon la méthode décrite par Cespi *et al.* (2017). Les microémulsions des huiles essentielles ont été réalisées spontanément en ajoutant lentement le mélange de la phase alcoolique et de l'eau dans la phase huileuse et le tensioactif sous agitation (Fig. 5). En bref, la phase huileuse était composée d'huile essentielle (HE) ou d'un mélange d'eucalyptol et d'oléate d'éthyle, ainsi que de 10 % de polysorbate 80. La phase alcoolique, composée de 35 %, a été préparée en combinant 30 % de glycérol et 5 % d'éthanol. Enfin, l'eau a été ajoutée pour compléter la formulation. Des échantillons témoins ont également été préparés, sans huile essentielle, ni molécule bioactive. Les huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus* extraites des feuilles et des fruits, ainsi que leurs principaux constituants bioactifs, l'eucalyptol et le β -pinène, ont été préparés à des concentrations de 0,5 %, 1 %, 1,5 % et 2 %, conformément aux concentrations couramment rapportées dans la littérature pour l'évaluation de l'activité insecticide et répulsive des huiles essentielles et de leurs composés volatils.

Toutefois, les huiles essentielles étant des mélanges complexes riches en plusieurs constituants bioactifs, une comparaison directe avec les molécules isolées nécessite un ajustement des formulations afin de refléter des proportions réalistes et biologiquement pertinentes. À cet effet, l'eucalyptol a été formulé à une concentration de 65 %, correspondant à sa proportion majoritaire rapportée dans l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus*, tandis que les 35 % restants ont été complétés par l'oléate d'éthyle, utilisé comme solvant neutre et vecteur inerte. De la même manière, le β -pinène, présent à des proportions plus faibles dans l'huile essentielle, a été formulé à une concentration de 3 %, le complément étant également constitué d'oléate d'éthyle. Les concentrations choisies et les proportions des formulations ont été établies sur la base de données issues de la littérature scientifique, garantissant ainsi la pertinence biologique et la comparabilité des résultats obtenus. En outre, les molécules bioactives ont été préparées selon la même méthode que les huiles essentielles afin de permettre une comparaison de leurs effets dans les analyses ultérieures.

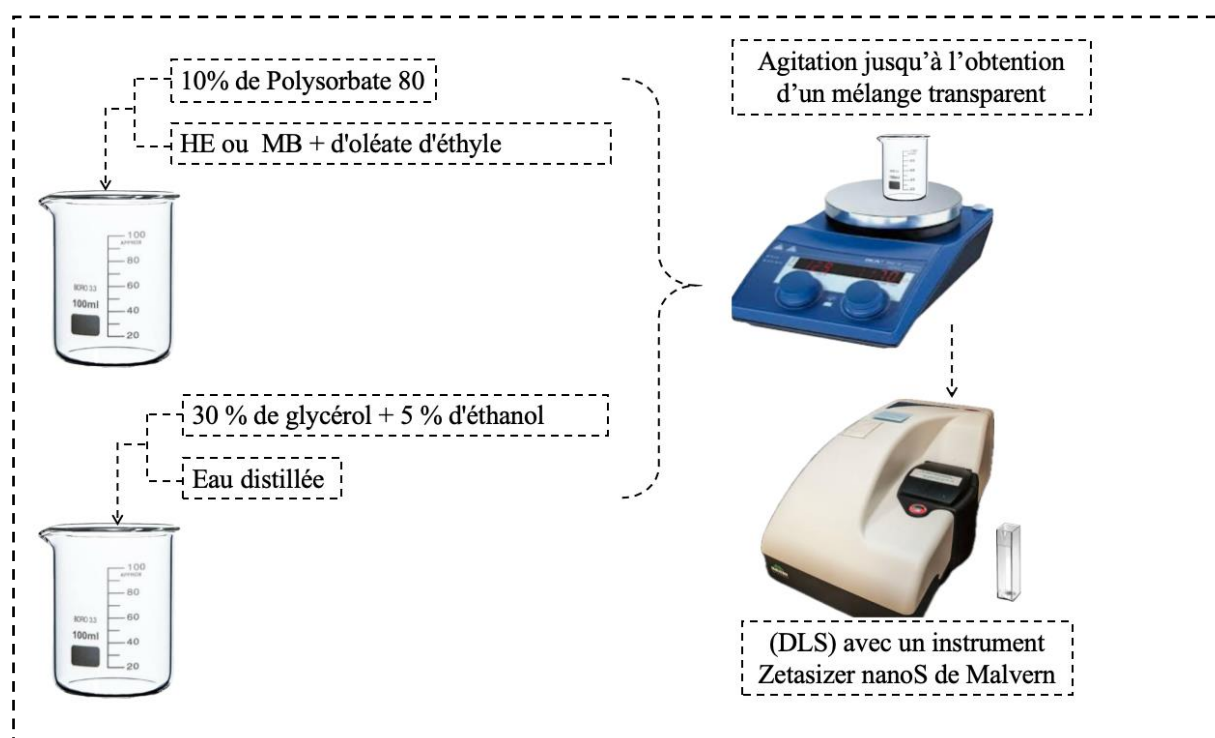


Figure 5. Préparation des microémulsions.

2.7.2. Caractérisation physico-chimique des microémulsions

La visualisation et la caractérisation de toutes les formulations préparées ont été effectuées à l'aide d'un microscope optique polarisant (MT9000 de Meiji Techno Co Ltd, JP) et une caméra CMOS de 3 mégapixels (Invenio 3S, DeltaPix, DK). En outre, les échantillons qui ne semblaient pas opaques ont été analysés par diffusion dynamique de la lumière (DLS) avec un

instrument Zetasizer nanoS de Malvern Instrument, UK, doté d'un détecteur de lumière rétrodiffusée à un angle de 173° , afin de mesurer la taille moyenne des gouttelettes et l'indice de polydispersité (PDI). Plus précisément, 1 ml de l'échantillon a été placé dans une cuvette jetable en polystyrène (10 x 10 x 45 mm), et l'analyse a été effectuée à 25°C après 2 minutes d'équilibrage thermique.

Le pH des formulations préparées a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre HI2002-02 (HANNA Instruments, Italie) à 25°C . Avant chaque série de mesures, l'appareil a été étalonné à l'aide de solutions tampons standards de pH 4, 7 et 10 afin d'assurer la précision des résultats.

La conductivité électrique des formulations a été déterminée à l'aide d'un conductimètre Micro CM 2200 (Crison Instruments, Espagne) équipé d'une cellule de conductivité appropriée, avec compensation automatique de la température afin de corriger l'effet de la température sur la conductivité mesurée (référence standard à 25°C utilisée). La cellule est équipée d'électrodes en platine et le coefficient de cellule est sélectionné en fonction de la gamme de conductivité étudiée. Avant chaque série de mesures, l'appareil a été calibré avec des solutions étalons de conductivité connues.

2.8. Traitement et bioessais

2.8.1. Toxicité par fumigation

Après un screening test, diverses concentrations d'huiles essentielles (issues des feuilles et des graines), de molécules bioactives isolées ou en combinaison, ainsi que des formulations de microémulsions (voir Tableaux 3 et 4), ont été appliquées sur des disques de papier filtre d'un diamètre de 2 cm. Ces disques ont été suspendus à l'aide d'un fil à la face interne du couvercle. L'expérimentation a été conduite dans des récipients de 60 ml contenant 3 g de blé sain, selon le protocole décrit par [Papachristos & Stampoulos \(2004\)](#). Pour chaque concentration testée, six répétitions de 10 individus ont été réalisées pour chaque espèce étudiée. Un groupe témoin, constitué de disques non traités, a été inclus dans le dispositif expérimental afin de servir de référence (Fig. 6). Les taux de mortalité ont été relevés à des intervalles de 24, 48 et 72 heures post-traitement, puis corrigés selon la formule d'[Abbott \(1925\)](#). Les concentrations létales (CL) ainsi que leurs intervalles de confiance à 95 % (IC) ont été déterminés à l'aide du logiciel statistique GRAPH PAD PRISM8, permettant une analyse précise des données obtenues.

Tableau 3. Concentrations des HEs et des MBs appliquées sur *Rhyzopertha dominica*.

Traitement			Concentrations (µL/L d'air)
HEs	Feuille	Pure	83, 166, 249 et 332
		Microémulsion	83, 124, 166 et 207
	Graine	Pure	83, 124, 166 et 207
		Microémulsion	83, 124, 166 et 207
MBs	Eucalyptol	Pure	3, 8, 16 et 33
		Microémulsion	83 ,124 , 166 et 207
	β-Pinène	Pure	16, 33, 66 et 100
		Microémulsion	250 , 500 , 750 et 1000
	Eucalyptol + β-Pinène	Pure	50, 75, 100 et 200
		Microémulsion	66, 132, 264, 528

Tableau 4. Concentrations des HEs et des MBs appliquées sur *Sitophilus granarius*.

Traitement			Concentrations (µL/L d'air)
HEs	Feuille	Pure	83, 166, 266 et 333
		Microémulsion	266, 500, 750 et 1000
	Graine	Pure	83, 166, 266 et 333
		Microémulsion	333, 500, 750 et 1000
MBs	Eucalyptol	Pure	33, 66, 133 et 266
		Microémulsion	166, 333, 500 et 666
	β-Pinène	Pure	66, 133, 266 et 533
		Microémulsion	333, 666, 1000 et 1333
	Eucalyptol + β-Pinène	Pure	50, 100, 166 et 400
		Microémulsion	166, 333, 500 et 666

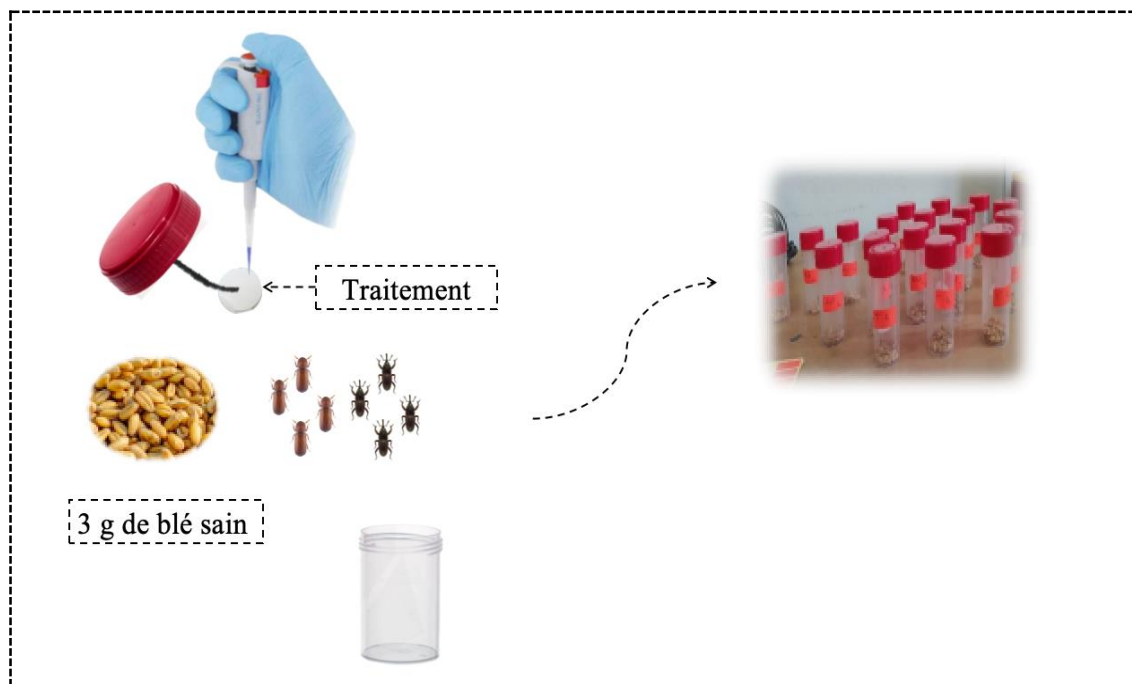


Figure 6. Toxicité par fumigation.

2.8.2. Test de répulsion

Le test de répulsion (Fig. 7) a été appliqué pour évaluer le potentiel repulsif des huiles essentielles extraites des feuilles et des graines d'*E. globulus* ainsi que des molécules bioactives (utilisées individuellement ou en combinaison) et des formulations de microémulsion contre les adultes de *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius*. Cette méthode repose sur la technique de la zone préférentielle sur papier filtre, décrite par McDonald *et al.* (1970), et permet de calculer le pourcentage de répulsion induit par les traitements.

Pour cette expérience, des disques de papier filtre de 9 cm de diamètre ont été utilisés. Chaque disque a été soigneusement divisé en deux parties égales, une moitié a été traitée uniquement avec de l'acétone, servant de contrôle négatif et l'autre moitié a été imprégnée avec une solution contenant l'un des traitements testés (huiles essentielles, molécules bioactives ou formulations). Les solutions testées comprenaient trois concentrations différentes (6, 12 et 24 $\mu\text{l/ml}$) diluées dans de l'acétone pour garantir une application homogène. Chaque demi-disque, après traitement, a été laissé sécher à température ambiante afin d'éliminer tout excès d'acétone et d'assurer une absorption uniforme des substances. Une fois les deux moitiés séchées, le disque complet a été reconstitué et placé dans une boîte de Pétri.

Dix individus adultes de *R. dominica* et de *S. granarius* ont ensuite été déposés au centre du disque reconstitué. Cette configuration permet aux insectes de choisir entre les deux moitiés, révélant ainsi leur préférence ou leur aversion pour la zone traitée. L'expérience a été réalisée avec quatre répétitions pour chaque concentration.

Après 30min, 1h, 3h, 6h et 12h de traitement, le dénombrement des individus 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 :

$$(PR) \% = [(NC-NT) / NC+NT)] \times 100$$

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

NT : Nombre d'insectes présents sur le demi-disque traité.

Les valeurs moyennes ont été calculées et attribuées selon le classement de Mc Donald *et al.* (1970) variant de 0 à V [Classe 0 (RP<0,1%), classe I (RP=0,1% -20,0%), classe II (RP=20,1-40,0%), classe III (RP=40,1-60,0%), classe IV (RP=60,1-80,0%), et classe V (RP=80,1-100,0%)].

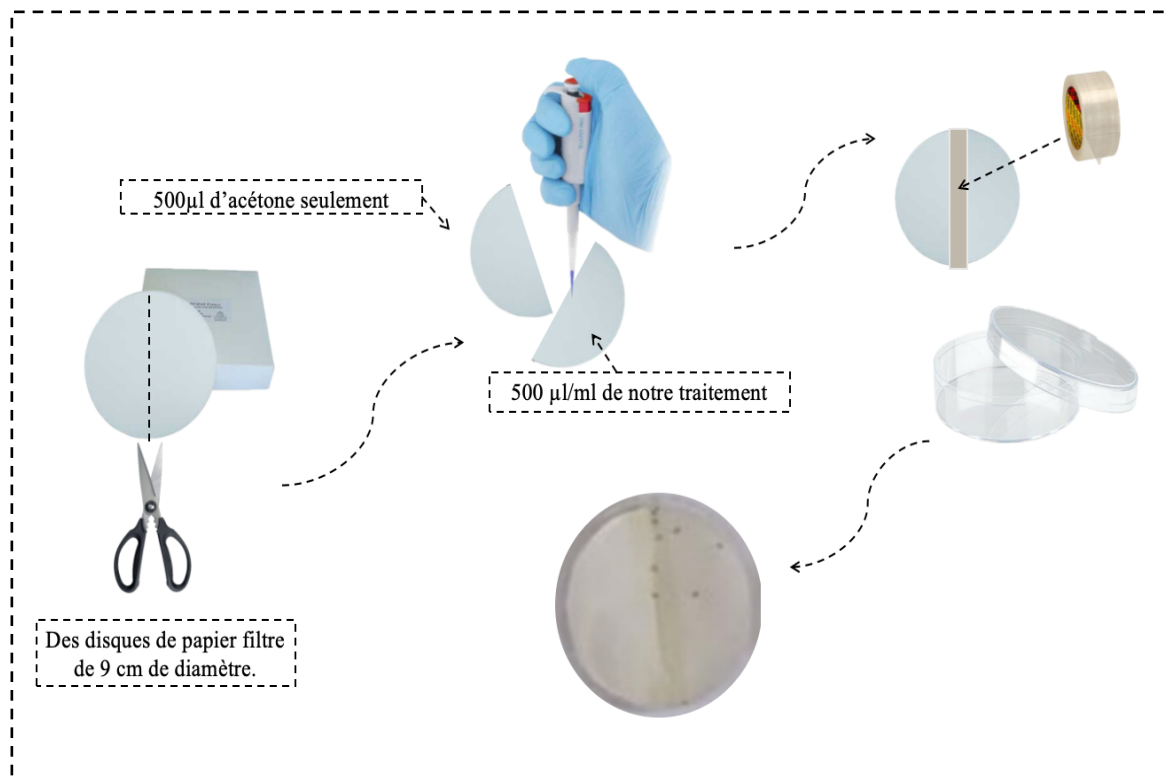


Figure 7. Test de répulsion.

2.9. Extraction et dosage des constituants biochimiques

L'extraction des protéines, glucides et lipides a été réalisée en suivant le protocole de [Shibko *et al.* \(1967\)](#) (Fig. 8). Les adultes témoins et traités avec des concentrations létales (CL₂₅ et CL₅₀) ont été prélevés à 72 heures après traitement. Ils ont été soigneusement pesés et placés dans tubes Eppendorf, chacun contenant 1 ml d'acide trichloroacétique (TCA) à 20 %. Une homogénéisation par ultrasons a été effectuée pour désintégrer les tissus et libérer les composés biochimiques. Une première centrifugation à 4000 tours par minute pendant 10 minutes a permis de séparer le surnageant I et le culot I. Le surnageant I a été utilisé pour le dosage des glucides totaux selon la méthode de [Duchateau & Florkin \(1959\)](#). Le culot I a été traité avec 1 ml d'un mélange éther/chloroforme (1:1, v/v), suivi d'une seconde centrifugation dans des conditions similaires. Le surnageant II a servi au dosage des lipides selon [Goldsworthy *et al.* \(1972\)](#), tandis que le culot II, dissous dans une solution de soude (NaOH 0,1 N), a été utilisé pour le dosage des protéines suivant la méthode de [Bradford \(1976\)](#).

2.9.1. Dosage des protéines totales

Le dosage des protéines a été réalisé en suivant la méthode colorimétrique de [Bradford \(1976\)](#), une technique largement utilisée pour quantifier les protéines en solution, basée sur l'interaction spécifique entre les groupements aminés des protéines et le bleu brillant de Coomassie (BBC). Pour ce faire, une aliquote de 100 µl d'extrait protéique a été prélevée à l'aide d'une micropipette, puis mélangée à 4 ml de réactif BBC G250 (Merck). Cette interaction induit un changement de couleur du réactif, passant du brun au bleu, dont l'intensité est directement proportionnelle à la concentration en protéines présentes dans l'échantillon.

L'absorbance du mélange a été mesurée à une longueur d'onde de 595 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis préalablement étalonné. Pour garantir la fiabilité des résultats, des blancs réactifs (mélange de réactif BBC et d'eau distillée) ont été inclus dans chaque série de mesures afin de corriger toute interférence potentielle. Par ailleurs, une courbe d'étalonnage a été établie en parallèle en utilisant une solution standard d'albumine de sérum bovin (BSA) à une concentration de 1 mg/ml. Des dilutions appropriées de cette solution standard ont été préparées pour générer une gamme de concentrations connues, permettant ainsi de relier l'absorbance mesurée à la quantité de protéines présentes dans les échantillons.

2.9.2. Dosage des glucides totaux

La quantification des glucides totaux a été réalisée en appliquant la méthode de [Duchateau & Florkin \(1959\)](#), une technique spectrophotométrique largement utilisée pour doser les sucres totaux. Cette méthode repose sur la réaction des glucides avec le réactif de l'anthrone en milieu acide, produisant un complexe coloré dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en glucides. Pour ce faire, une aliquote de 100 µl du surnageant I a été prélevée, puis mélangée à 4 ml de réactif de l'anthrone. Le mélange a été soigneusement homogénéisé par agitation avant d'être incubé à une température contrôlée de 80 °C pendant 10 minutes dans un bain-marie. Cette étape de chauffage permet la formation d'un complexe de couleur verte, stable et spécifique aux glucides.

L'absorbance du mélange a été mesurée à une longueur d'onde de 620 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis préalablement étalonné. Pour garantir la fiabilité des résultats, des blancs réactifs (mélange de réactif à l'anthrone et d'eau distillée) ont été inclus dans chaque série de mesures afin de corriger toute interférence potentielle. Par ailleurs, une courbe d'étalonnage a été établie en parallèle en utilisant une solution mère de glucose à une concentration de 1 mg/ml. Des dilutions appropriées de cette solution mère ont été préparées pour générer une gamme de concentrations connues, permettant ainsi de relier l'absorbance mesurée à la quantité de glucides présents dans les échantillons.

2.9.3. Dosage des lipides totaux

La quantification des lipides totaux a été réalisée en appliquant la méthode de [Goldsworthy et al. \(1972\)](#), une technique colorimétrique reposant sur l'utilisation du réactif sulfophosphovanillinique. Ce réactif forme des complexes de coloration rose spécifiques avec les lipides en présence d'acide sulfurique concentré et de vanilline. Pour ce faire, une aliquote de 100 µl d'extrait lipidique ou de solution étalon a été prélevée à l'aide d'une micropipette. Ensuite, 1 ml d'acide sulfurique concentré (H_2SO_4) a été ajouté à chaque tube, suivi d'une agitation vigoureuse pour assurer un mélange homogène. Les tubes ont ensuite été placés dans un bain de sable préchauffé à une température constante de 100 °C pendant 10 minutes. Cette étape de chauffage permet la formation des complexes chromogènes roses, dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en lipides totaux.

Après refroidissement, 200 µl du mélange ont été prélevés et mélangés avec 2,5 ml de réactif sulfophosphovanillinique. Après 30 minutes à l'obscurité, l'absorbance a été mesurée à 530 nm. Une solution mère de lipides a été préparée à partir de 2,5 mg d'huile de tournesol (99 %

triglycérides) dissous dans 1 ml d'un mélange éther/chloroforme (1:1, v/v). Cette solution a servi à établir une gamme d'étalonnage pour la quantification des lipides.

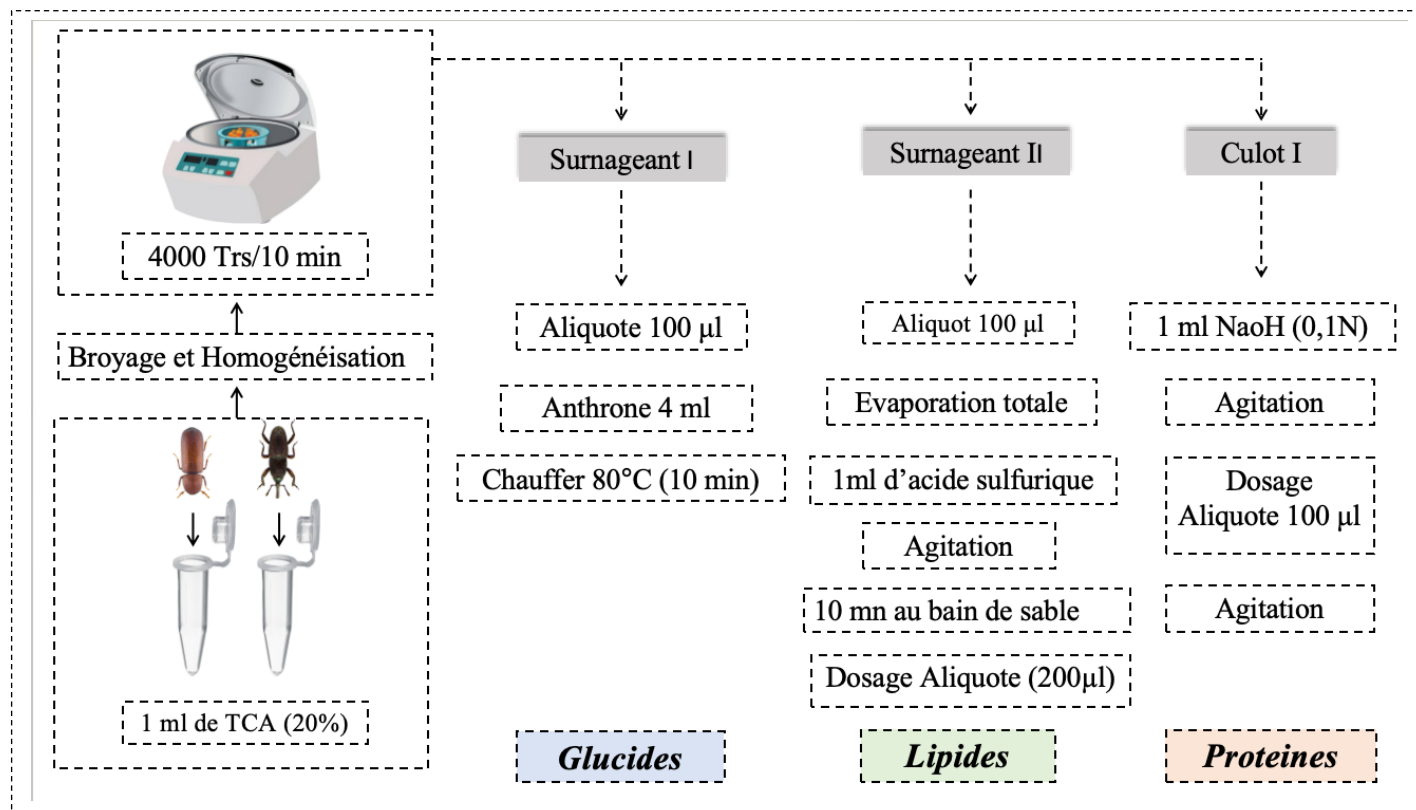


Figure 8. Extraction et dosage des constituants biochimiques.

2.10. Dosage des biomarqueurs physiologiques

L'analyse des biomarqueurs physiologiques chez les adultes de *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius* a permis de mesurer l'activité enzymatique de plusieurs enzymes clés : la phosphatase alcaline (PAL), l'aspartate aminotransférase (AST) et l'alanine aminotransférase (ALT). Ces enzymes sont des indicateurs essentiels du métabolisme, du stress oxydatif et des dysfonctionnements cellulaires dans les organismes soumis à différents traitements. Les spécimens témoins et traités ont été homogénéisés dans 1 ml de tampon phosphate pour libérer les enzymes des tissus. Après une centrifugation à 4000 tours par minute pendant 10 minutes, le surnageant obtenu a été utilisé pour les dosages enzymatiques selon les méthodes décrites dans la littérature (Tietz, 1999) (Fig. 9).

2.10.1. Dosage de la Phosphatase alcaline (PAL)

La phosphatase alcaline (PAL) est une hydrolase qui catalyse l'hydrolyse des esters phosphoriques, libérant du p-nitrophénol et du phosphate inorganique. L'hydrolyse du p-nitrophenyl phosphate en p-nitrophénol est mesurée par un changement d'absorbance à 405 nm, correspondant à la formation du produit réactionnel (Tietz, 1999). Cette technique consiste à additionner 100 µl de surnageant enzymatique à 1 ml de réactif de travail composé du substrat dissous dans un tampon (R2 et R1). L'absorbance est mesurée à 405 nm toutes les minutes pendant 3 minutes, permettant de calculer l'activité enzymatique en fonction de la cinétique de la réaction. Les valeurs obtenues sont comparées à une courbe d'étalonnage réalisée avec des concentrations connues de p-nitrophénol.

2.10.2. Dosage de l'Aspartate Aminotransférase (AST)

L'aspartate aminotransférase (AST), également appelée transaminase glutamate oxaloacétate (TGO), est une enzyme impliquée dans le métabolisme des acides aminés. Elle catalyse le transfert réversible d'un groupe aminé de l'aspartate au 2-oxoglutarate, produisant du glutamate et de l'oxaloacétate. L'oxaloacétate est ensuite réduit au malate par la malate déshydrogénase (MDH) en présence de NADH (Tietz, 1999). Une aliquote de 100 µl de surnageant enzymatique est mélangée à 1 ml de réactif de travail, contenant le substrat dissous dans un tampon (R2 et R1). L'absorbance est mesurée à 340 nm toutes les minutes pendant 3 minutes, reflétant la consommation de NADH au cours de la réaction enzymatique. Les résultats sont calculés à partir des variations d'absorbance, exprimant l'activité en unité internationale (UI).

2.10.3. Dosage de l'Alanine Aminotransférase (ALT)

L'alanine aminotransférase (ALT), également connue sous le nom de transaminase glutamate pyruvate (TGP), catalyse le transfert d'un groupe aminé de l'alanine au 2-oxoglutarate, produisant du glutamate et du pyruvate. Ce dernier est réduit en lactate par la lactate déshydrogénase (LDH) en présence de NADH (Tietz, 1999). 100 µl de surnageant enzymatique sont mélangés avec 1 ml de réactif de travail contenant le substrat et les cofacteurs nécessaires (R2 et R1). L'absorbance est mesurée à 340 nm pendant 3 minutes, reflétant la consommation de NADH pendant la réaction enzymatique. Une courbe

d'étalonnage utilisant des concentrations connues de pyruvate ou de NADH est utilisée pour quantifier l'activité enzymatique.

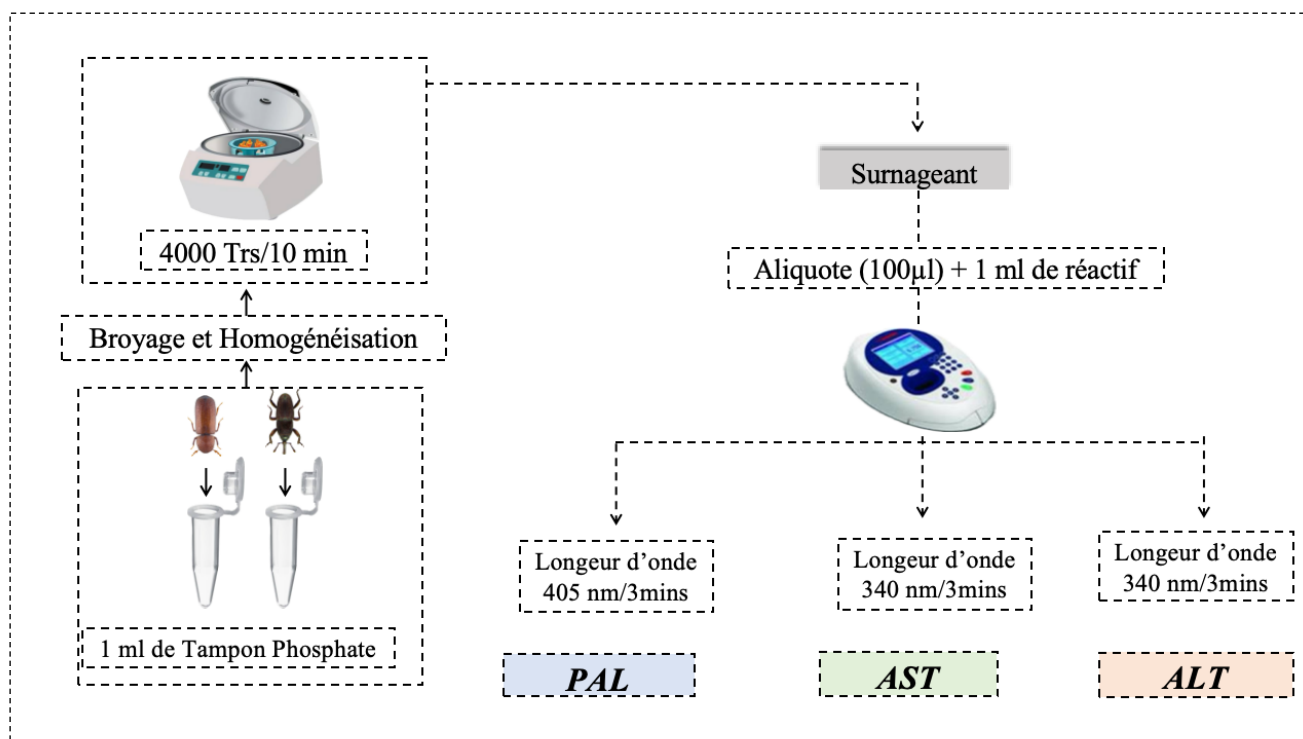


Figure 9. Dosage des biomarqueurs physiologiques PAL, ALT et AST.

2.11. Dosage des biomarqueurs enzymatiques

L'activité enzymatique des estérases et de l'acétylcholinestérase (AChE) chez les adultes de *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius* a été évaluée pour examiner les mécanismes de détoxification et les effets neurotoxiques des traitements appliqués. Les spécimens témoins et traités ont été homogénéisés dans 1 ml de tampon phosphate (0,1 M, pH 7), suivi d'une centrifugation à 4000 tours/min pendant 10 minutes. Le surnageant obtenu a été utilisé pour ces dosages selon des protocoles établis dans la littérature.

2.11.1. Dosage des Estérases

Les estérases jouent un rôle crucial dans le métabolisme des xénobiotiques, en particulier dans la détoxification d'insecticides organophosphorés et carbamates (Han *et al.*, 1995) (Fig. 10). Leur activité est mesurée à l'aide des substrats spécifiques α -naphtyle acétate (α -NA) et β -naphtyle acétate (β -NA). Les estérases hydrolysent les substrats α -NA et β -NA, produisant du naphthol libre qui, en présence de sel de RR bleu rapide, forme un complexe coloré.

L'intensité de la couleur, mesurée par densité optique (OD), est proportionnelle à l'activité enzymatique. Une solution d'acétate α -NA et β -NA à une concentration de 10 mM a été préparée. Ensuite, 15 μ l de substrat (α -NA ou β -NA), 50 μ l de sel RR bleu rapide (1 mM) et 20 μ l de surnageant enzymatique ont été mélangés et incubés à température ambiante pendant 5 minutes. La lecture de la densité optique a été réalisée à 450 nm à l'aide d'un spectrophotomètre et un contrôle blanc est fait en remplaçant le surnageant par du tampon phosphate.

2.12.2. Dosage de l'Acétylcholinestérase

L'acétylcholinestérase (AChE) est une enzyme essentielle du système nerveux central des insectes, responsable de la dégradation de l'acétylcholine en choline et acétate dans la fente synaptique. Son inhibition est un mécanisme d'action clé des insecticides neurotoxiques tels que les organophosphorés et les carbamates (Ellman *et al.*, 1961) (Fig. 10). L'AChE hydrolyse le substrat acétylthiocholine pour former de l'acide acétique et du thiocholine, qui réagit avec le réactif DTNB ([5,5'-dithiobis (2-nitrobenzoïque acid)]) pour produire une coloration jaune mesurable spectrophotométriquement.

Pour le dosage de l'acétylcholinestérase (AChE), une solution de DTNB est préparée en dissolvant 39,6 mg de DTNB et 15 mg de bicarbonate de sodium dans 1 ml de tampon Tris (0,1 M, pH 7). Une solution d'acétylthiocholine est également préparée en dissolvant 23,6 mg d'ACh dans 1 ml d'eau distillée. Dans une cuve, 100 μ l de surnageant enzymatique et 100 μ l de solution DTNB sont mélangés, suivis d'une incubation à température ambiante pendant 3 à 5 minutes. Ensuite, 100 μ l de substrat acétylthiocholine sont ajoutés pour initier la réaction. L'absorbance est mesurée à 412 nm toutes les 4 minutes pendant une durée totale de 20 minutes. Un blanc est réalisé en remplaçant le surnageant par 100 μ l de solution détergente. L'activité enzymatique est exprimée en μ mol/min/mg de protéine, calculée à partir des variations d'absorbance par minute en utilisant le coefficient d'extinction molaire du DTNB, soit $13,6 \times 10^3 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$.

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

$$X = \frac{\Delta DO / mn}{1.36 \times 10^4} \times \frac{V_t}{V_s} / \text{mg de protéines}$$

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

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

$1,36 \times 10^4$: coefficient d'extinction molaire du DTNB ($\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$).

V_t : volume total dans la cuve : 1,3 ml [0,1 ml surnageant + 0,1 ml DTNB + 1 ml tampon tris (0,1M, pH 7) + 0,1 ml acétylthiocholine].

V_s : volume du surnageant dans la cuve : 0,1 ml.

mg de protéines : quantité de protéines exprimée en mg.

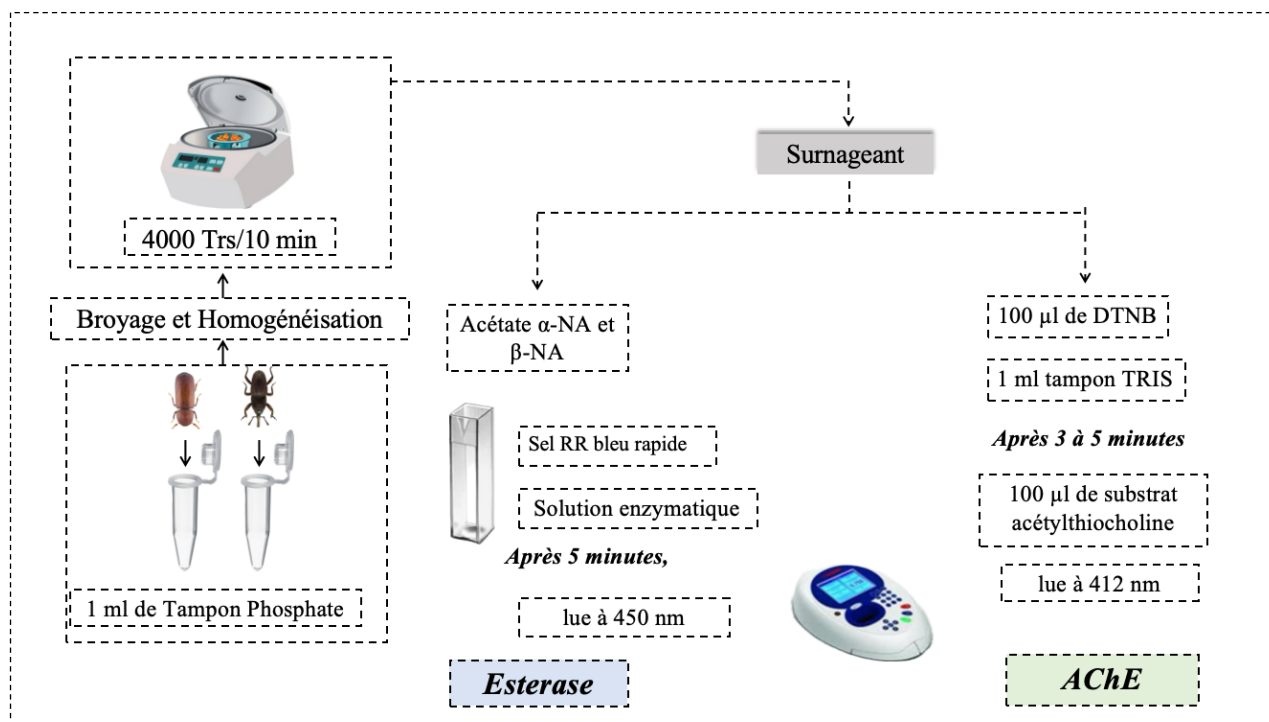


Figure 10. Dosage des biomarqueurs enzymatiques (Estérases, Acétylcholinestérase).

2.12. Analyses statistiques

L'analyse statistique a été effectuée à l'aide du logiciel GRAPH PAD PRISM 8. Les résultats sont présentés sous forme de moyenne accompagnée de l'écart moyen (SEM). Les concentrations des métabolites biochimiques, à savoir les protéines, les glucides et les lipides, ont été calculées en se basant sur les courbes d'étalonnage, dont les équations de régression linéaire relient l'absorbance aux quantités des standards utilisés (albumine pour les protéines, glucose pour les glucides et huile de tournesol pour les lipides). Les comparaisons statistiques entre les groupes ont été réalisées à l'aide du test de Student et de l'analyse de variance à un facteur (ANOVA), suivie du test post-hoc HSD de Tukey pour identifier les différences significatives.

RESULTATS

III. RESULTATS

3.1. Rendement de l'huile essentielle

L'huile essentielle obtenue par hydrodistillation des feuilles d'*Eucalyptus globulus* se présente sous forme d'un liquide clair, de couleur jaune pâle, avec une odeur intense. Le rendement de cette extraction est évalué à 2,16 %. De même, l'huile essentielle extraite des fruits, par la même méthode, se distingue par sa limpidité, sa couleur jaune foncé, et une odeur fraîche et épicée. Le rendement a été également estimé à 2,64 % (Tableau 5).

Tableau 5. Rendement et caractéristiques organoleptiques des HEs extraites d'*Eucalyptus globulus* (feuilles et fruits).

Caractéristiques	Feuilles	Fruits
Rendement (%)	2,16 %	2,64 %
Aspect	Liquide limpide	Liquide limpide
Couleur	Jaune pâle	Jaune foncé
Odeur	Camphrée, fraîche et forte	Fraîche, épicée et forte

3.2. Composition chimique des huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus*

L'analyse des constituants des huiles essentielles extraites des feuilles et des fruits d'*E. globulus*, ainsi que la détermination des concentrations et de l'indice de rétention de leurs composés, a été effectuée à l'aide de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-SM) (Tableau 6). Cette technique a permis de mettre en évidence la présence de 30 constituants dans l'huile essentielle extraite des feuilles d'*Eucalyptus globulus*, représentant 98,1 % des composés détectés, et 22 composés dans l'huile des fruits avec un pourcentage de 99%.

La classe des hydrocarbures monoterpéniques constitue le principal groupe de composés dans l'huile des feuilles, représentant 47,1% de la composition totale parmi lesquels le composé dominant est le p-cymène (27,3%). Une deuxième classe de composés présentant une abondance élevée en pourcentage est celle des époxydes monoterpéniques, parmi lesquels le composé dominant est le 1,8-cinéole, avec une proportion de 25,2% (Fig. 11).

D'autre part, les résultats de l'huile essentielle des fruits ont révélé que le 1,8-cinéole, appartenant à la classe des époxydes monoterpéniques, représente le composé principal avec

47,6% de la composition totale. Les hydrocarbures monoterpéniques constituent une deuxième classe de composés avec un pourcentage élevé d'abondance, parmi lesquels le composé dominant est le p-cymène avec un taux de 15,7% (Fig. 11). D'autres constituants majeurs importants, des monoterpènes et des sesquiterpènes, ont été détectés à savoir: α -pinène, β -pinène, α -terpinéol, limonène, α -phellandrène, β -phellandrène et spathulenol.

Tableau 6. Composition chimique des HEs d'*Eucalyptus globulus* (feuilles et fruits): indice de rétention (IR) et concentrations (%) des différents constituants.

N°	Composés	IR _{Feuille}	IR lit	Feuille %	IR _{Fruits}	IR lit	Fruits %
1	α -thujène	922	924	1,0	923	922	0,4
2	α -pinène	929	932	6,2	929	929	2,3
3	sabinène	968	969	0,5	-	-	-
4	β - pinène	971	974	0,3	-	-	-
5	myrcène	987	988	0,5	988	987	0,3
6	α -phellandrène	1000	1002	1,0	1000	1000	6,1
7	α -terpinène	1013	1014	0,2	1013	1013	0,3
8	p-cymène	1020	1020	27,3	1021	1020	15,7
9	β -phellandrène	1024	1025	8,0	1024	1025	4,5
10	1,8-cinéole	1026	1026	25,2	1027	1026	47,6
11	Z- β -ocimène	-	-	-	1035	1032	0,1
12	γ -terpinène	1055	1054	2,3	-	-	-
13	linalool	1093	1095	0,0	1055	1054	3,3
14	cis-thujone	1109	1108	0,0	-	-	-
15	trans -thujone	1112	1112	0,0	-	-	-
16	cis-r-menth-2-en-1-ol	1117	1118	0,8	1117	1118	0,3
17	α -campholenal	1122	1122	0,1	-	-	-
18	trans-pinocarvéol	1133	1135	0,3	-	-	-
19	trans-p-menth-2-en-1-ol	1135	1136	0,5	1135	1136	0,2
20	trans-verbenol	1140	1140	0,1	-	-	-
21	pinocarvone	1158	1160	0,1	-	-	-
22	terpinen-4-ol	1172	1174	5,7	1173	1174	7,1
23	cryptone	1181	1183	6,2	1181	1183	3,4
24	α -terpineol	1186	1186	0,7	1186	1186	0,4
25	cumin aldehyde	1235	1238	1,7	1235	1238	0,6
26	piperitone	1249	1249	0,1	1249	1249	0,4
27	p-cymen-7-ol	1286	1289	0,2	1286	1289	0,1
28	thymol	1298	1289	0,2	1298	1289	0,1
29	bicyclogermacrène	1492	1500	0,1	-	-	-
30	spathulenol	1574	1577	8,1	1574	1574	5,1
31	germacrène D-4-ol	1579	1574	0,6	1580	1579	0,6
Total		98,1			99,0		

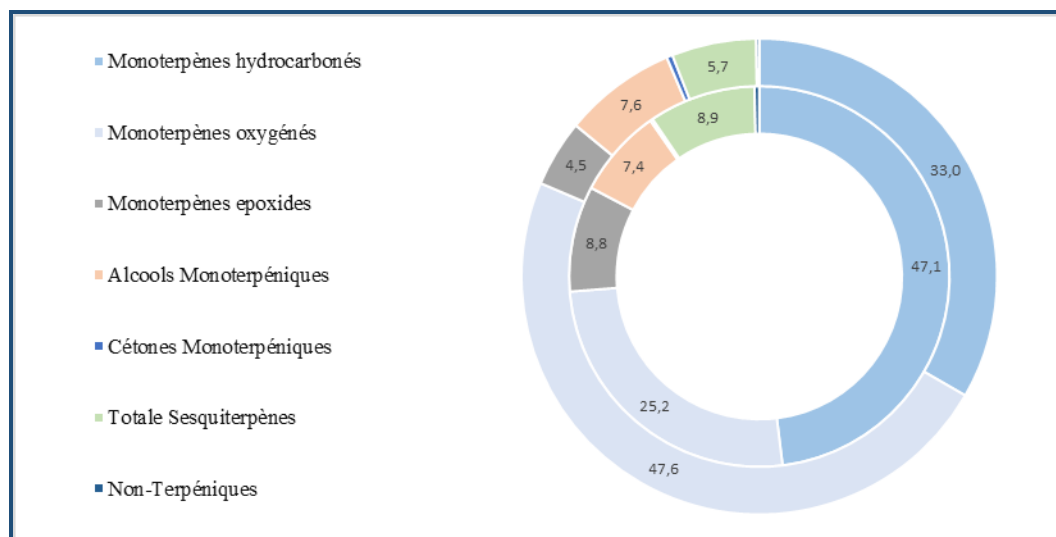


Figure 11. Pourcentage des principaux constituants des HEs des feuilles et des fruits d'*Eucalyptus globulus*.

3.3. Caractérisation des microémulsions

Les microémulsions (MEs) d'huiles essentielles (EO-MEs) issues des fruits et des feuilles d'*Eucalyptus globulus* et des molécules bioactives: 1,8 cinéole et β - pinène (MB-MEs) ont été préparées à partir d'une composition optimisée, sélectionnée après une large évaluation expérimentale pour garantir leur stabilité.

Après stockage à température ambiante, les échantillons ont été soumis à des analyses à différents intervalles de temps en utilisant la microscopie à lumière polarisée (PLM). Cette méthode est reconnue pour son efficacité dans la caractérisation des propriétés physiques des systèmes colloïdaux, permettant d'identifier la nature isotrope et homogène des microémulsions.

L'analyse par microscopie à lumière polarisée (Fig. 12) a confirmé leur nature transparente reflétant une dispersion uniforme des phases, indiquant une structure thermodynamiquement stable, isotrope et homogène, témoignant d'une excellente dispersion des phases et de l'absence d'agrégats. Ces HE-MEs et MB-MEs ont enregistré des tailles de particules inférieures à 100 nm, caractérisées par un pH légèrement acide entre 4,49 et 5,11, favorable à la conservation chimique, et une conductivité électrique entre 34,4 et 42,7 $\mu\text{S}/\text{cm}$ indiquant une phase continue aqueuse, présentant une structure stable et homogène adaptée à la diffusion des composés actifs.

La taille moyenne des gouttelettes des formulations de microémulsions préparées variait de 24,18 à 56,98 nm (Tableau 7). Parmi les systèmes testés, les MB-MEs chargées en 1,8-cinéole

ont pr sent  la plus petite taille moyenne de gouttelettes ($24,18 \pm 0,48$ nm), tandis que les HE-MEs pr par es   partir des fruits ont montr  la plus grande taille de gouttelettes ($56,98 \pm 0,98$ nm). Les HE-MEs formul es   partir des feuilles et les MB-MEs de β -pin ne pr sentaient des tailles interm diaires de $36,64 \pm 0,33$ nm et $42,16 \pm 0,72$ nm, respectivement.

L'indice de polydispersit  (PDI), qui refl te l'homog nit  de la distribution des tailles de gouttelettes, variait entre 0,314 et 0,448 pour toutes les formulations. Les HE-MEs d riv es des feuilles ont montr  la valeur de PDI la plus faible ($0,314 \pm 0,009$), indiquant une population de gouttelettes plus uniforme et  troitement distribu e. En revanche, les HE-MEs provenant des fruits et les MB-MEs charg es en 1,8-cin ole ont pr sent  des valeurs de PDI l g rement plus  lev es, sugg rant une distribution de taille plus large, bien que restant dans la plage acceptable pour des syst mes de micro mulsions stables. Dans l'ensemble, les valeurs obtenues de taille de gouttelettes et de PDI confirment la formation r ussie de micro mulsions nanoscalaires et homog nes, adapt es   des  valuations biologiques ult rieures. L'indice de polydispersit  (PDI) est une mesure de l'homog nit  des particules et varie de 0,0   1,0. Plus la valeur du PDI est proche de z ro, plus les particules sont homog nes.

La Figure 12 pr sente les images obtenues par microscopie polaris e, mettant en  vidence la diff rence entre les micro mulsions (MEs) correctement formul es et celles pr sentant une turbidit . La Figure 13 illustre les traces obtenues par diffusion dynamique de la lumi re (DLS) pour les micro mulsions d'huiles essentielles (HEs) et celles des mol cules bioactives, tandis que le Tableau 7 r capitule les propri t s physico-chimiques des micro mulsions.

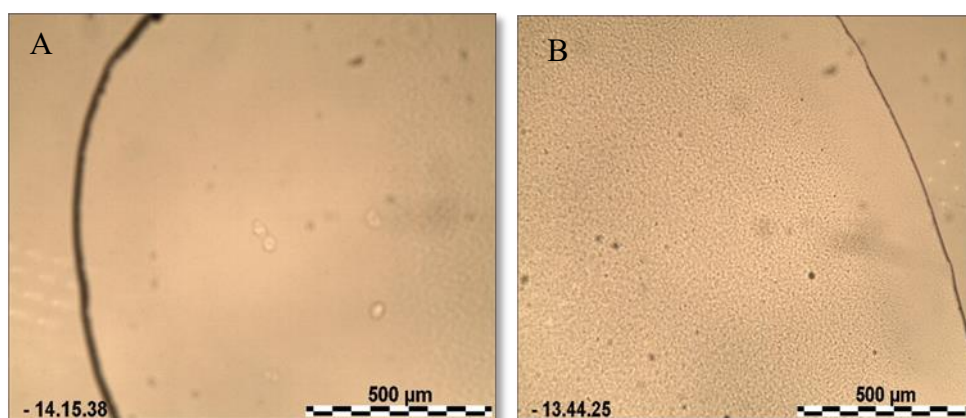


Figure 12. Image au microscope   lumi re polaris e d'une ME correcte (A) et d'une ME turbide (B).

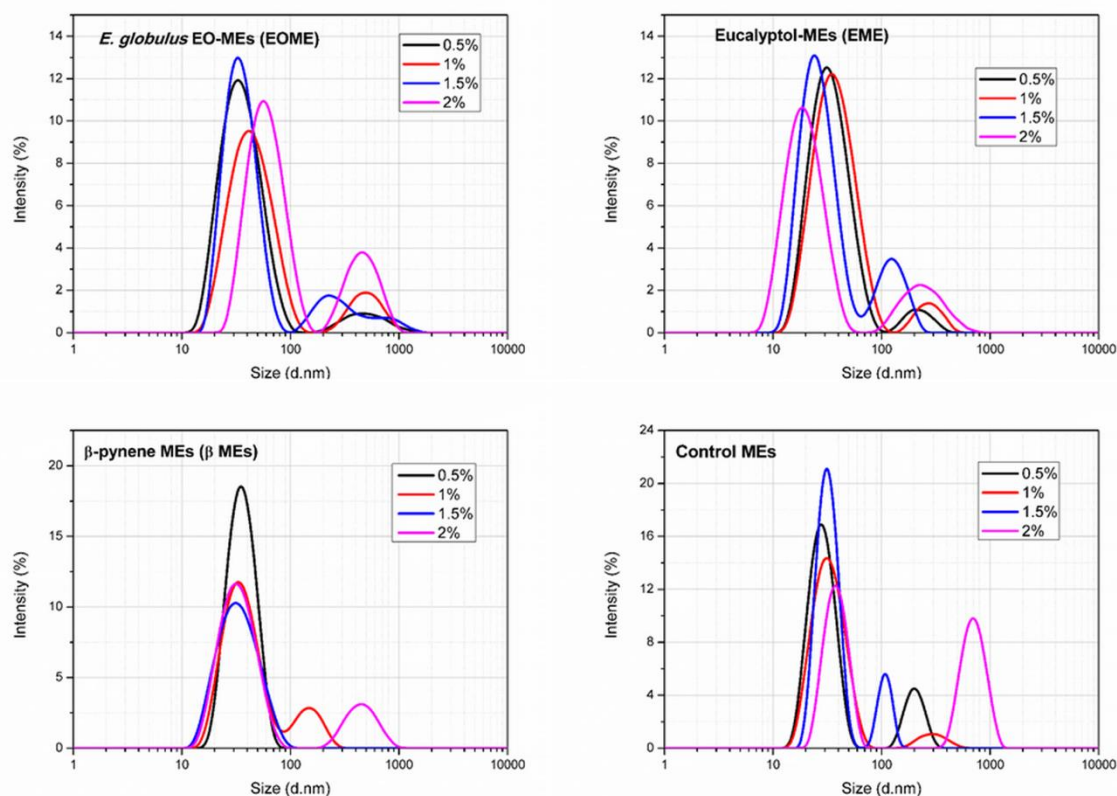


Figure 13. Traces de diffusion dynamique de la lumière (DLS) des HE-MEs des feuilles et des fruits (A), des MB-MEs de 1,8 cinéole (B), de β -pinène (C) et du témoin (D).

Tableau 7. Propriétés physico-chimiques des EO-MEs des feuilles et fruits d'*Eucalyptus globulus* et MB-MEs de 1,8 cinéole et β -pinène.

Formulation	pH	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	Z-average (nm)	PDI
HE-MEs des feuilles	4,94	42,70	$36,64 \pm 0,33$	$0,314 \pm 0,009$
HE-MEs des fruits	5,11	38,00	$56,98 \pm 0,98$	$0,447 \pm 0,033$
MB-MEs de 1,8 cinéole	4,26	34,40	$24,18 \pm 0,48$	$0,448 \pm 0,006$
MB-MEs de β -pinène	5,03	34,60	$42,16 \pm 0,72$	$0,434 \pm 0,003$

3.4. Essais toxicologiques

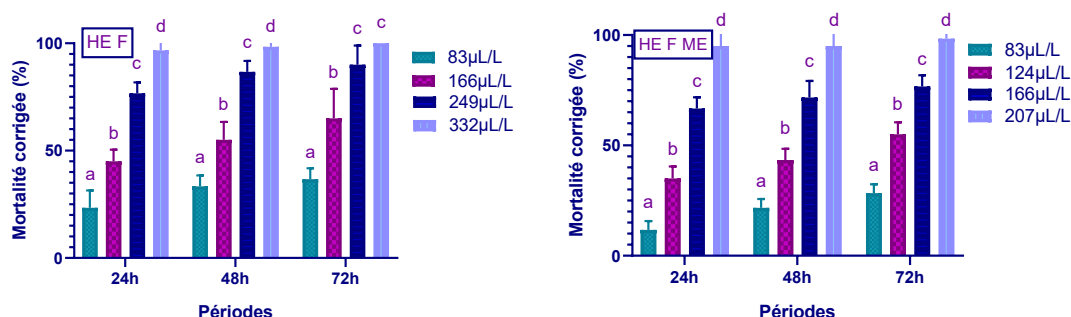
3.4.1. Activité insecticide sur *Rhyzopertha dominica*

L'évaluation de l'activité insecticide par fumigation a été réalisée sur l'ensemble des traitements testés, comprenant les huiles essentielles issues des feuilles et des fruits d'*Eucalyptus globulus*, appliquées sous leurs formes pures et microémulsionnées, ainsi que les monoterpènes majoritaires (eucalyptol et β -pinène), administrés séparément ou en

combinaison. Les concentrations létales (LC₂₅ et LC₅₀), évaluées après 24, 48 et 72 heures d'exposition, ont été retenues comme paramètres de référence pour établir le profil comparatif de leurs performances insecticides.

La figure 14 représente le pourcentage de mortalité de *R. dominica* après exposition à différentes concentrations des HEs et de leurs monoterpènes, appliqués séparément et en combinaison. Selon les concentrations appliquées et la durée du traitement, ces taux de mortalité augmentent chez les adultes traités à l'HE pure des feuilles (24h: $F_{3,20}=170,2$; $P<0,0001$; 48h: $F_{3,20}=150,8$; $P<0,0001$ et 72h: $F_{3,20}=64,78$; $P<0,0001$), à l'HE ME des feuilles (24h: $F_{3,20}=308,1$; $P<0,0001$; 48h: $F_{3,20}=190,2$; $P<0,0001$ et 72h: $F_{3,20}=239,2$; $P<0,0001$), l'HE pure des fruits (24 h : $F_{3,16}=206,6$; 48 h : $F_{3,16}=136,6$; 72 h : $F_{3,16}=233,7$; $P<0,0001$), l'HE ME des fruits ($F_{3,20}=224,4$; 177,3 et 118,9 ; $P<0,0001$), l'Eucalyptol (24h: $F_{3,24}=216,8$; $P<0,0001$; 48h: $F_{3,24}=131$; $P<0,0001$ et 72h: $F_{3,24}=111$; $P<0,0001$), l'Eucalyptol ME (24h: $F_{3,20}=157,8$; $P<0,0001$; 48h: $F_{3,20}=196,3$; $P<0,0001$ et 72h: $F_{3,20}=124,9$; $P<0,0001$), le β -Pinène (24h: $F_{3,16}=143,2$; $P<0,0001$; 48h: $F_{3,16}=236,3$; $P<0,0002$, et 72h: $F_{3,16}=229$; $P<0,0001$), le β -Pinène ME (24h: $F_{3,24}=101,4$; $P<0,0001$; 48h: $F_{3,24}=157,9$; $P<0,0001$, et 72h: $F_{3,24}=237,2$; $P<0,0001$), la mixture (24 h: $F_{3,24}=82,97$; $P<0,0001$; 48 h: $F_{3,24}=176,3$; $P<0,0001$, et 72 h: $F_{3,24}=139,8$; $P<0,0001$) et la mixture ME (24 h: $F_{3,24}=76,28$; $P<0,0001$; 48 h: $F_{3,24}=81,86$; $P<0,0001$, et 72 h: $F_{3,24}=324$; $P<0,0001$).

Les valeurs des CL₂₅ et CL₅₀ des traitements sont présentées dans le tableau 8. Les facteurs de toxicité les plus faibles (CL₂₅ et CL₅₀) ont été observés pour le mélange et l'eucalyptol. D'après les valeurs de CL₂₅ déterminées, l'activité insecticide des traitements testés présente l'ordre de toxicité décroissant suivant : Eucalyptol > Mélange > Mélange ME > Eucalyptol ME > HEME > HE FR ME $\geq$ HE FR pure > HE pure > HEME > β -pinène > β -pinène ME.



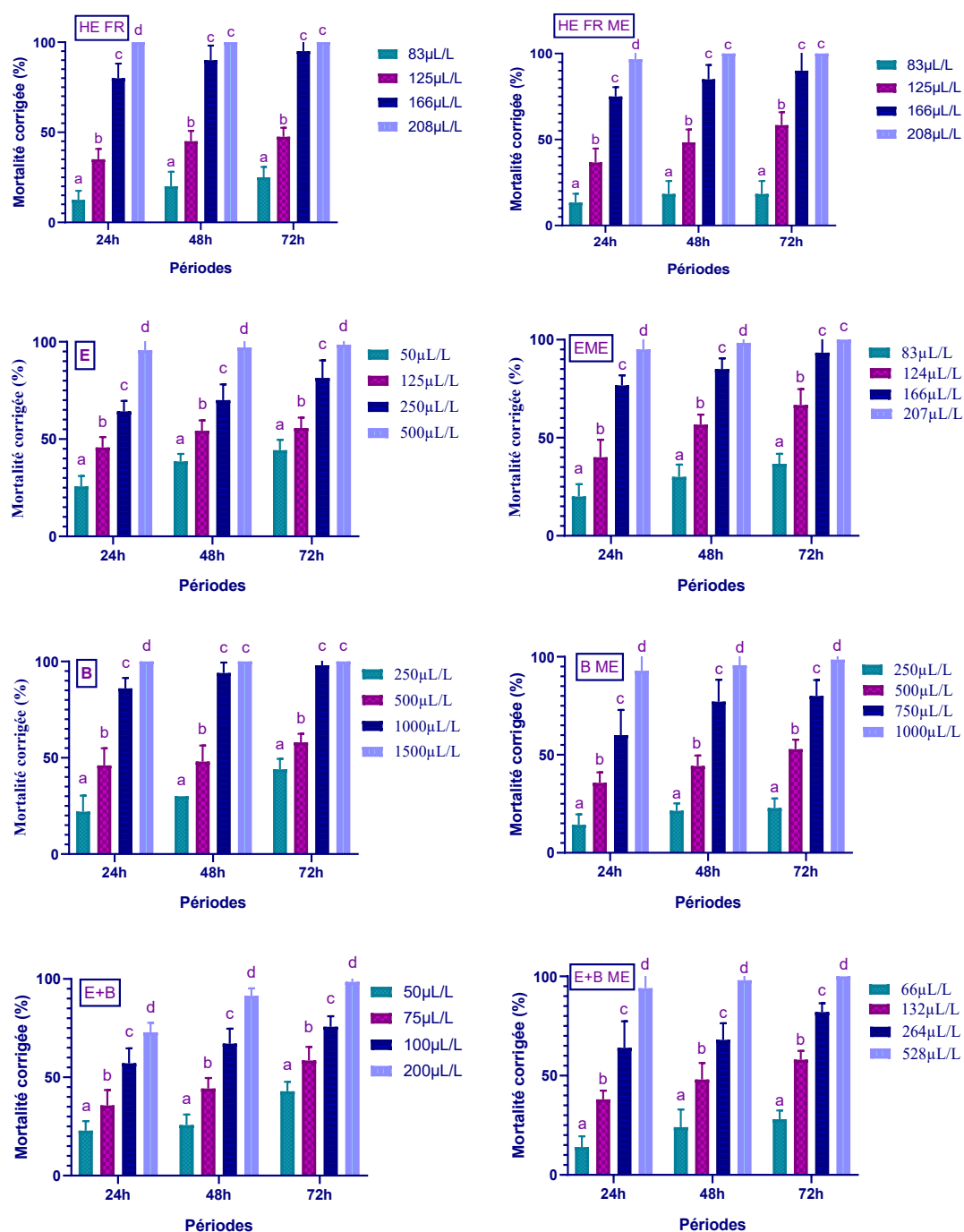


Figure 14. Efficacité des HEs des feuilles (**HE F**) et des fruits (**HE FR**) d'*E. globulus*, de leurs constituants, eucalyptol (**E**) et β -pinène (**B**), appliqués séparément et en combinaison (**E+B**) et de leurs microémulsions sur les adultes de *R. dominica* : mortalité corrigée (moyenne $\pm$ SEM, n = 5-7 répétitions contenant chacune 10 adultes).

Tableau 8. Efficacité des huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus* extraites des feuilles et des fruits, de leurs monoterpènes appliqués séparément et en combinaison, ainsi que de leur microémulsion, sur les adultes de *R. dominica* : analyse de probit.

Traitement	Forme	Temps	CL ₂₅ (µl/L d'air) IC95%	FT	CL ₅₀ (µl/L d'air) IC95%	FT
Feuilles	Pure	24h	117,60 (29,84 – 196,10)	1,99	168,50 (91,55 – 238,30)	2,03
		48h	71,97 (5,00 – 174,10)	2,15	120,70 (10,12 – 218,60)	1,59
		72h	67,55 (5,39 – 128,50)	2,38	106,80 (29,85 – 164,40)	1,57
	ME	24h	112,90 (75,30 – 143,00)	1,91	140,20 (113,80 – 165,20)	1,69
		48h	96,29 (42,74 – 134,30)	2,87	127,50 (89,97 – 160,50)	1,68
		72h	83,30 (32,69 – 117,40)	2,94	113,30 (74,54 – 143,70)	1,67
Fruits	Pure	24h	114,60 (74,17 – 143,30)	1,94	135,00 (107,40 – 158,40)	1,62
		48h	100,00 (34,34 – 142,00)	2,98	122,40 (74,94 – 156,90)	1,61
		72h	92,99 (0,58 – 131,50)	3,28	116,30 (14,03 – 163,20)	1,71
	ME	24h	110,50 (75,07 – 137,50)	1,87	135,00 (110,10 – 157,50)	1,62
		48h	98,02 (60,01 – 127,40)	2,92	121,60 (94,11 – 146,30)	1,60
		72h	92,86 (73,35 – 114,10)	3,27	114,30 (99,24 – 129,10)	1,68
Eucalyptol	Pure	24h	58,81 (0,77 – 156,70)	1,00	131,70 (29,18 – 284,20)	1,58
		48h	33,46 (0,54 – 113,50)	1,00	90,28 (0,1 – 223,8)	1,19
		72h	28,32 (0,10 – 99,90)	1,00	73,25 (0,30 – 179,40)	1,08
	ME	24h	100,20 (49,97 – 136,70)	1,70	128,40 (93,63 – 159,20)	1,54
		48h	81,46 (41,40 – 110,80)	2,43	108,60 (78,27 – 133,80)	1,43
		72h	74,22 (37,64 – 98,25)	2,62	97,64 (69,02 – 119,3)	1,44
β-Pinène	Pure	24h	310,60 (117,70 – 520,6)	5,28	490,30 (299,40 – 722,10)	5,91
		48h	266,00 (2,58 – 614,00)	7,94	433,10 (55,60 – 806,50)	5,72
		72h	177,90 (0,25 – 330,43)	6,28	321,50 (10,23 – 684)	4,75
	ME	24h	415,40 (51,49 – 530,50)	7,06	594,90 (294,30 – 982,20)	7,17
		48h	326,80 (44,89 – 589,60)	9,76	487,50 (217 - 725,70)	6,44
		72h	291,70 (79,32 – 502,50)	10,30	439,70 (239,50 – 631)	6,49
Mix ture	Pure	24h	64,60 (55,65 – 72,33)	1,09	82,92 (76,39 – 90,03)	1,00

		48h	58,75 (30,34 – 79,26)	1,75	75,59 (56,49 – 95,76)	1,00
		72h	52,31 (29,63 – 69,30)	1,84	67,68 (51,90 – 82,23)	1,00
	ME	24h	99,10 (55,22 – 149,2)	1,68	176,60 (127,70 – 241,40)	2,12
		48h	72,27 (14,41 – 138,40)	2,15	140,30 (70,43 – 234,0)	1,85
		72h	62,18 (36,54 – 87,07)	2,21	110,50 (83,70 – 141,10)	1,63
	IC = Intervalle de confiance ; FT = Facteur de toxicité.					

3.4.2. Activité insecticide sur *Sitophilus granarius*

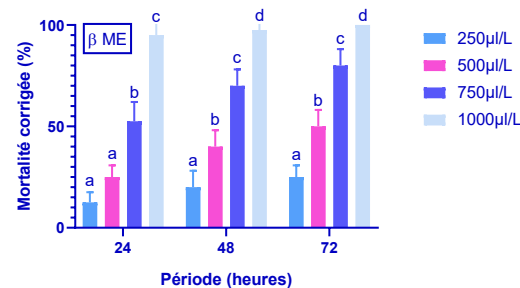
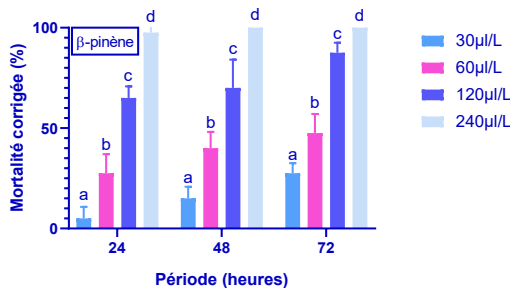
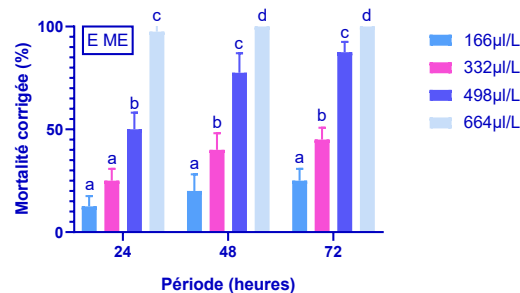
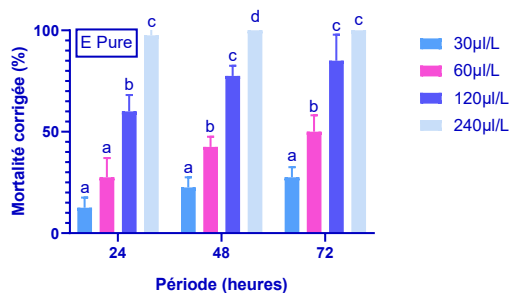
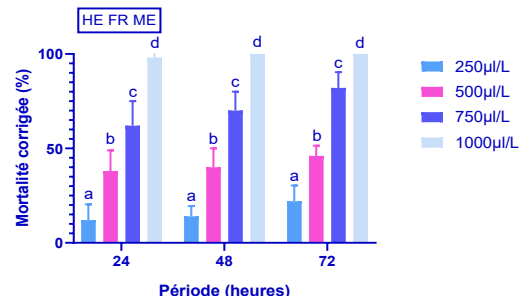
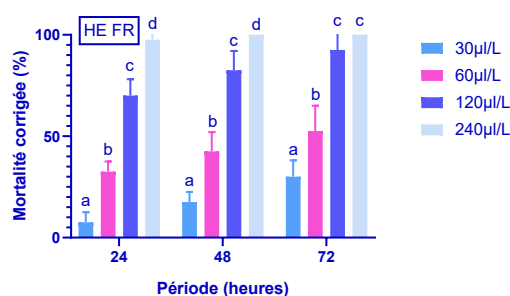
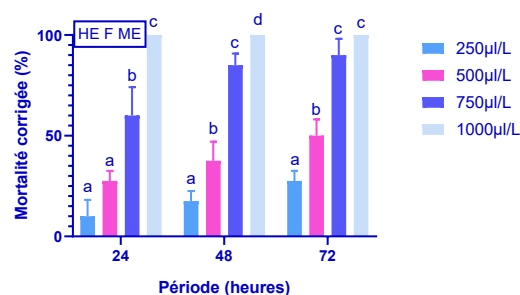
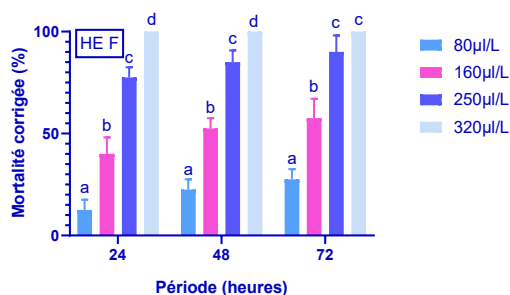
Les mortalités induites par l'HEEG des feuilles et des fruits, sous leur forme pure et microémulsionnée, chez les adultes de *S. granarius* sont illustrées dans la figure 15. Les résultats indiquent que la mortalité de ces insectes est directement influencée à la fois par la concentration du traitement et par la durée d'exposition. Ces mortalités augmentent avec la concentration de l'HE extraite des fruits sous forme pure et microémulsionnée chez les adultes de *S. granarius* traités après 24 h ($F_{3,12} = 179$; $p < 0,0001$ et $F_{3,16} = 70,37$; $p < 0,0001$), 48 h ($F_{3,12} = 108$; $P < 0,0001$ et $F_{3,16} = 120,3$; $P < 0,0001$) et 72 h d'exposition ($F_{3,12} = 55,68$; $P < 0,0001$ et $F_{3,16} = 145,1$; $P < 0,0001$). Les mêmes observations ont été signalées chez cette espèce exposée à l'HE pure et microémulsionnée des feuilles, respectivement ($F_{3,12} = 207,4$ et $86,03$ à 24 h, $F_{3,12} = 229,6$ et $161,3$ à 48 h et $F_{3,12} = 94,73$ et $116,8$ à 72 h : $P < 0,0001$), à l'eucalyptol pure et microémulsionnée ($F_{3,12} = 109,2$ et $150,4$ à 24 h ; $F_{3,12} = 257,2$ et $92,56$ à 48 h ; $F_{3,12} = 67,16$ et 217 à 72 h : $P < 0,0001$), au β -pinène pur et sa microémulsion ($F_{3,12} = 145,6$ et $116,5$ à 24h ; $F_{3,12} = 72,33$ et $82,19$ à 48 h ; $F_{3,12} = 129,6$ et $104,6$ à 72 h : $P < 0,0001$), ainsi que la combinaison pure et microémulsionnée ($F_{3,12} = 125,5$ et $150,4$ à 24 h ; $F_{3,12} = 251,6$ et $92,56$ à 48 h ; $F_{3,12} = 233,7$ et $115,5$ à 72 h : $P < 0,0001$).

Les valeurs des CL_{25} et CL_{50} des traitements sont présentées dans le tableau 9. Les facteurs de toxicité les plus faibles (CL_{25} et CL_{50}) ont été observés pour le mélange, l'huile des fruits et l'eucalyptol. D'après les valeurs des CLs déterminées, l'activité insecticide des traitements testés présente l'ordre de toxicité décroissant suivant : Mélange > HE FR pure > Eucalyptol > β -pinène > HE pure > Mélange ME > Eucalyptol ME > HE FR ME > β -pinène ME > HEME.

Tableau 9. Efficacité de l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* issue des feuilles et des fruits, de ses monoterpènes appliqués séparément et en combinaison, ainsi que de leur microémulsion, contre les adultes de *S. granarius* : analyse des probit.

Traitement	Forme	Temps	LC ₂₅ (µl/L d'air) CI95%	TF	LC ₅₀ (µl/L d'air) CI95%	TF
Feuille	Pure	24h	130,80 (50,77 – 200,70)	2,71	173,50 (107,70 – 233,20)	2,75
		48h	95,31 (22,02 – 167,60)	2,55	140,20 (70,11 – 206,80)	2,50
		72h	83,63 (13,66 – 156,70)	2,79	126,00 (53,02 – 192,30)	2,51
	ME	24h	500,40 (96,03 – 777,20)	10,40	636,50 (333,20 – 972,90)	10,09
		48h	432,10 (47,72 – 450,98)	11,58	540,10 (212,50 – 765,70)	9,63
		72h	100,00 (45,02 – 120,35)	3,34	417,50 (0,00 – 687,40)	8,34
Fruits	Pure	24h	52,81 (39,98 – 66,92)	1,09	81,88 (68,22 – 98,13)	1,29
		48h	40,94 (25,22 – 57,69)	1,09	64,64 (48,99 – 83,75)	1,15
		72h	29,87 (5,718 – 55,92)	1,00	50,01 (22,95 – 80,08)	1,00
	ME	24h	418,90 (46,21 – 478,50)	8,70	579,7 (264,5 – 946,9)	9,19
		48h	401,10 (80,65 – 430,56)	10,75	547,60 (277,80 – 792,60)	9,76
		72h	324,80 (14,13 – 635,30)	10,87	469,80 (131,70 – 734,20)	9,39
Eucalyptol	Pure	24h	56,69 (22,58 – 77,90)	1,17	92,00 (57,19 – 142,10)	1,45
		48h	37,31 (14,17 – 63,28)	1,00	64,21 (39,86 – 95,79)	1,14
		72h	31,32 (12,01 – 51,62)	1,04	54,27 (33,88 – 78,60)	1,08
	ME	24h	354,30 (140,32 – 390,45)	7,36	452,30 (398,45 – 644,00)	7,17
		48h	247,60 (3,344 – 303,56)	6,63	343,80 (73,86 – 558,9)	6,13
		72h	207,10 (198,76 – 298,07)	6,93	301,30 (276,32 – 557,40)	6,02
β-Pinene	Pure	24h	59,16 (41,60 – 80,08)	1,22	90,06 (71,63 – 112,7)	1,42
		48h	43,57 (20,38 – 70,63)	1,16	73,06 (48,73 – 106,40)	1,30
		72h	32,53 (7,528 – 60,07)	1,08	55,16 (27,88 – 87,74)	1,10
	ME	24h	522,00 (9,79 – 852,50)	10,85	673,90 (274,60 – 2029)	10,69
		48h	361,40 (3,166 – 425,40)	9,68	527,80 (118,6 – 924,5)	9,41
		72h	290,00 (9,19 – 572,50)	9,70	441,30 (108,2 – 702,3)	8,82
Mixture	Pure	24h	48,10 (6,67 – 66,54)	1,00	63,03 (26,91 – 90,19)	1,00
		48h	39,67 (0,07 – 55,78)	1,06	56,06 (4,949 – 87,23)	1,00
		72h	36,73 (4,40 – 56,88)	1,22	52,28 (4,32 – 88,53)	1,04

ME	24h	289,20 (102,3 – 323,54)	6,01	382,80 (235,5– 512,5)	6,07
	48h	247,60 (3,34 – 301,32)	6,63	343,80 (73,86 – 558,9)	6,13
	72h	167,30 (67,43 – 283,0)	5,60	251,90 (157,9– 347,5)	5,03
IC = Intervalle de confiance ; FT = Facteur de toxicité.					



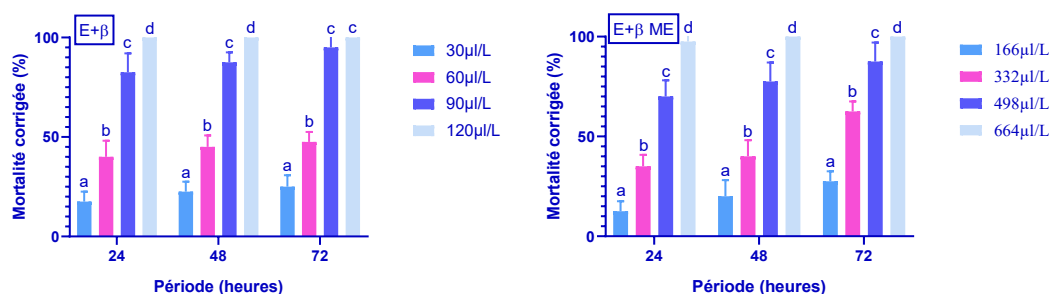


Figure 15. Efficacité des HEs des feuilles (**HE F**) et des fruits (**HE FR**) d'*E. globulus* (feuilles et fruits), de leurs constituants, l'eucalyptol (**E**) et le β -pinène (**β**), appliqués séparément et en combinaison (**E+ β**) et de leurs microémulsions sur les adultes de *S. granarius* : mortalité corrigée (moyenne $\pm$ SEM, n = 5-7 répétitions contenant chacune 10 adultes).

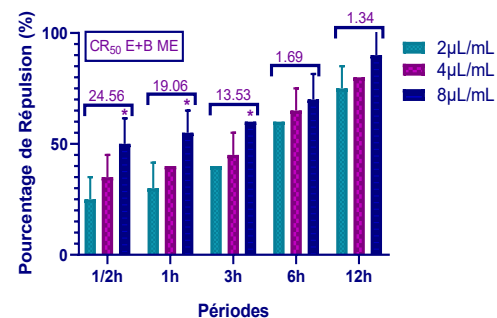
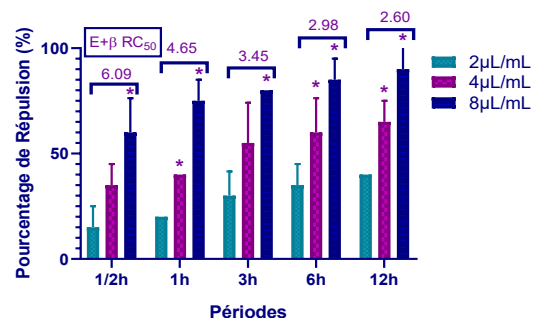
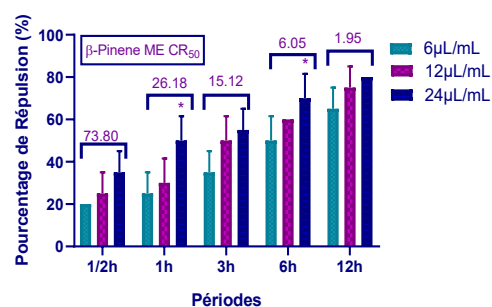
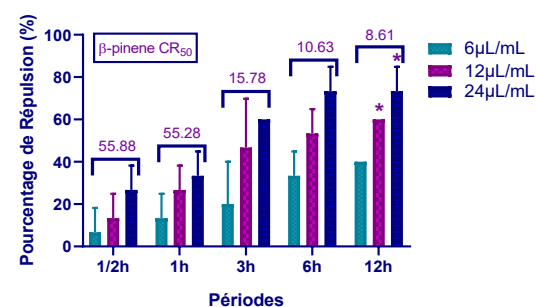
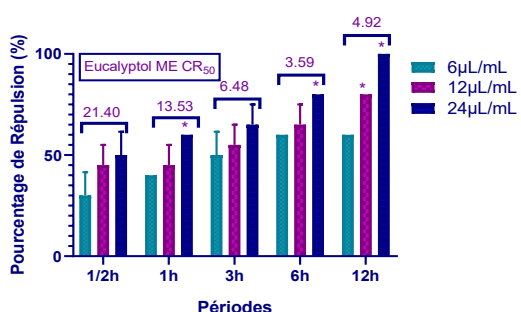
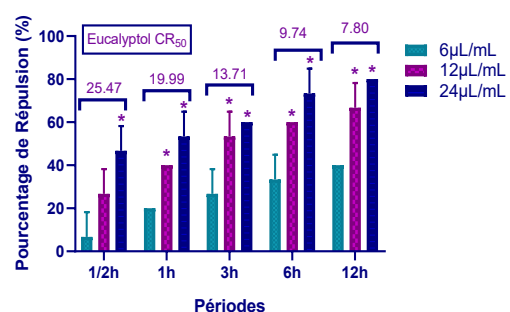
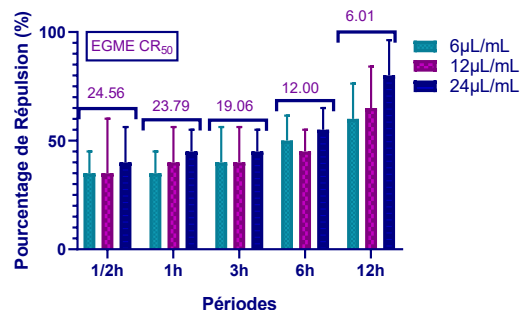
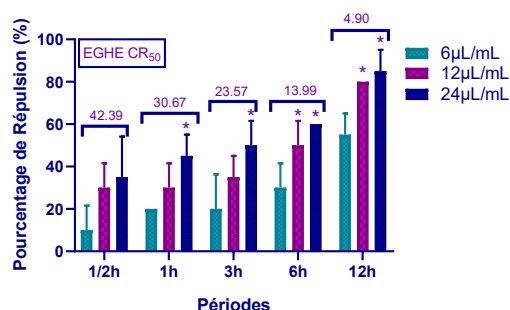
La comparaison interspécifique montre que bien que les deux ravageurs répondent significativement aux traitements, *Sitophilus granarius* apparaît plus sensible. En effet, les valeurs des CLs rapportées pour *S. granarius* sont généralement plus élevées et se maintiennent plus longtemps dans le temps, traduisant une mortalité plus rapide et plus marquée. Par contre, *Rhyzopertha dominica* requiert des temps d'exposition plus longs pour atteindre des niveaux d'efficacité similaires.

3.5. Effet répulsif des HEs et des molécules bioactives

3.5.1. Effet sur *Rhyzopertha dominica*

Les résultats du pourcentage de répulsion (RP) montrent des variations en fonction du traitement et de la forme d'application (pure ou microémulsifiée), de la concentration testée (6, 12 et 24 μ l/ml) et du temps d'exposition. Le pourcentage de répulsion augmente avec l'augmentation des concentrations appliquées et la durée du traitement. Les taux de répulsion les plus élevés (95 %, 95 %, 90 %, 90 %, 90 %, 80 %, 80 %, 80 %, 80 % et 73,33 %) sont observés après 12 h avec les concentrations les plus élevées d'Eucalyptol ME, HEFR ME, HEFR, E+ β ME, E+ β pure, d'Eucalyptol pure, d'HEFME, d'HEF pure, de β -Pinène ME et de β -Pinène pure, respectivement. D'après les concentrations répulsives 50 (RC50) obtenues, on a pu classer les traitements appliqués selon leur efficacité comme suit : E+ β > HEFR > HEFRME > Eucalyptol ME > E+ β ME $\geq$ HEFME > Eucalyptol > β -Pinène > HEF > β -Pinène ME (Fig. 16).

Les résultats de l'ANOVA à deux facteurs révèlent un effet hautement significatif des concentrations appliquées de tous les traitements ($p < 0,001$), de la période d'exposition ($p < 0,001$) et un effet non significatif de l'interaction concentration-période ($p > 0,05$).



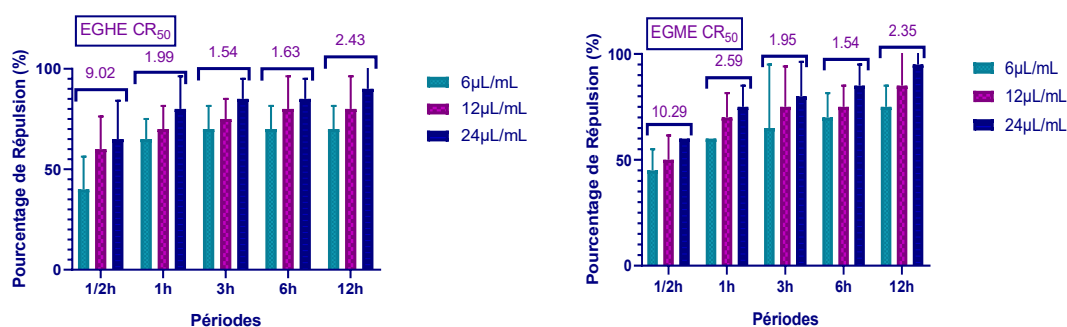
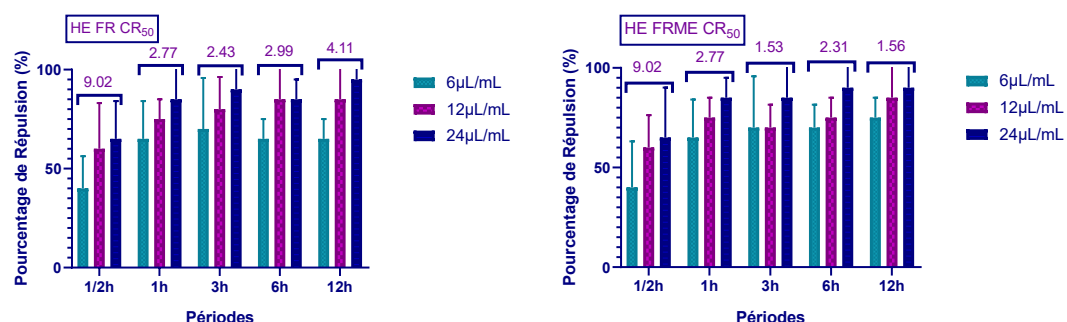


Figure 16. Pourcentage de répulsion (PR) et concentration répulsive 50 (RC₅₀) de l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* (HEEG), de leurs monoterpènes, l'eucalyptol et le β -pinène, appliqués séparément et en combinaison (E+ β) et de leurs microémulsions contre les adultes de *R. dominica* (moyenne $\pm$ SEM, n = 4 répétitions contenant chacune 10 adultes) * Différence statistiquement significative par rapport au témoin (p < 0,05).

3.5.2. Effet sur *Sitophilus granarius*

Les résultats obtenus montrent des variations du pourcentage de répulsion (RP) en fonction du traitement appliqué, de la concentration testée (6, 12 et 24 μ l/ml) et du temps d'exposition. Le pourcentage de répulsion augmente avec l'augmentation des concentrations appliquées et la durée du traitement. Les taux de répulsion les plus élevés (95 %, 95 %, 95 %, 90 %, 90 %, 90 %, 85 %, 85 %, 85 % et 80 %) sont observés après 12 h avec les concentrations les plus élevées d'HEFR, d'Eucalyptol pure, E+ β pure, HEFR ME, d'HEF pure, β -Pinène pure, d'HEFME, d'Eucalyptol ME, E+ β ME, de β -Pinène ME, respectivement. D'après les concentrations répulsives 50 (RC₅₀) obtenues, on a pu classer les traitements appliqués selon leur efficacité comme suit : HEFR $\geq$ Eucalyptol $\geq$ E+ β > HEFRME $\geq$ HEF $\geq$ β -Pinène > HEFME $\geq$ Eucalyptol ME $\geq$ E+ β ME $\geq$ β -Pinène ME (Fig. 17).

Les résultats de l'ANOVA à deux facteurs révèlent un effet hautement significatif des concentrations appliquées de tous les traitements (p<0,001), de la période d'exposition (p<0,001) et un effet non significatif de l'interaction concentration-période (p>0,05).



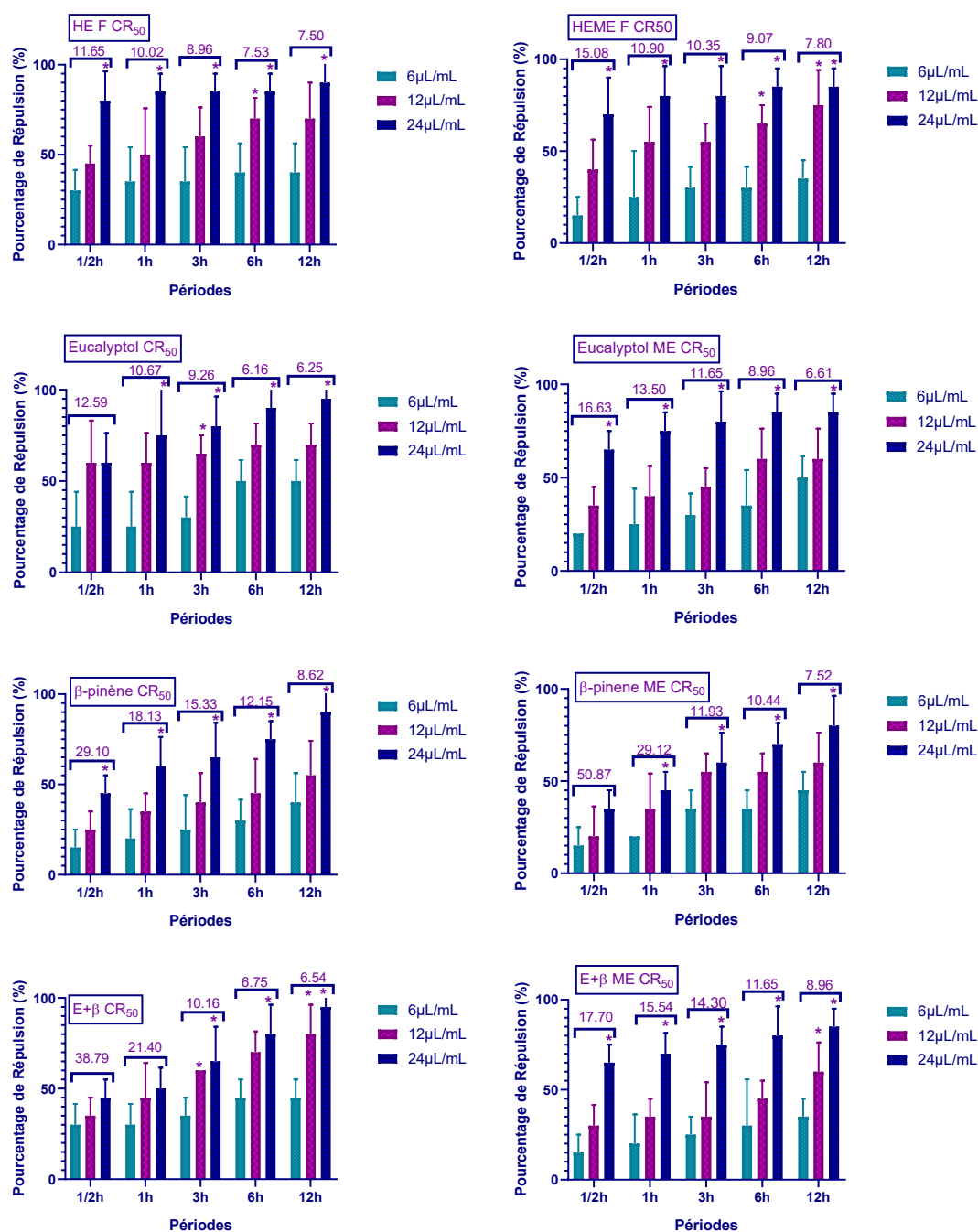


Figure 17. Pourcentage de répulsion (PR) et concentration répulsive 50 (RC₅₀) de l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* (HEEG), de ses monoterpenes, eucalyptol et β-pinène, appliqués séparément et en combinaison (E+β) et de leurs microémulsions contre les adultes de *S. granarius* (moyenne ± écart moyen, n = 4 répétitions contenant chacune 10 adultes) * Différence statistiquement significative par rapport au témoin (p < 0,05).

3.6. Effet du traitement sur la composition biochimique

L'effet des molécules bioactives appliquées seules et combinées a été évalué sur la composition biochimique (glucides, lipides et protéines) chez les adultes de *R. dominica* et *S. granarius*. Les résultats sont représentés dans les Figures 18, 19 et 20.

3.6.1. Effet sur le contenu en protéines

L'application des traitements a induit une perturbation du contenu en protéines chez *R. dominica* ($F_{6, 14} = 65,97$; $P < 0,0001$), représentée par une diminution suite au traitement par l'eucalyptol et le β -pinène et une augmentation après exposition à la combinaison E+ β . Le test HSD de Tukey révèle 4 groupes de moyennes. De plus, on note que la combinaison est le traitement qui a plus d'effet sur ce composé biochimique par rapport aux autres traitements appliqués.

Par ailleurs, l'exposition des adultes de *S. granarius* aux molécules bioactives seules et combinées a induit une augmentation significative ($F_{6, 14} = 11,88$; $P = 0,0001$) du contenu en protéines seulement avec la concentration la plus élevée (CL₅₀) de tous les traitements. Le test HSD de Tukey révèle 2 groupes de moyennes. De plus, on remarque que tous les traitements appliqués ont un effet comparable ($P > 0,05$).

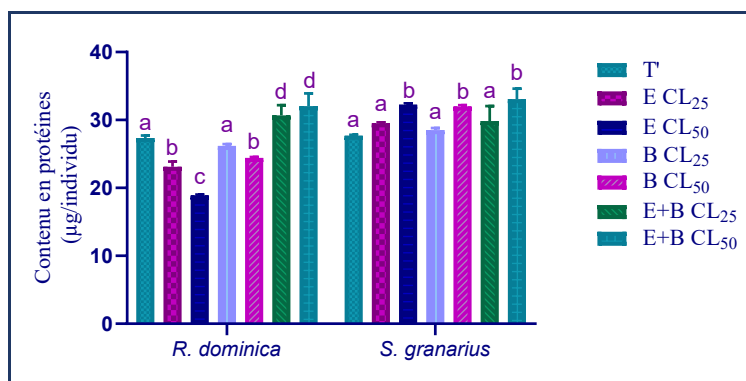


Figure 18. Effet seul et combiné des molécules bioactives sur le contenu en protéines (µg/individu) chez *R. dominica* et *S. granarius* (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).

3.6.2. Effet sur le contenu en glucides

L'application seule et combinée des molécules bioactives a induit une diminution du contenu en glucides chez *R. dominica* ($F_{6, 14} = 238,6$; $P < 0,0001$). Le test HSD de Tukey révèle 5 groupes de moyennes. De plus, on note que la combinaison a un effet le plus marqué sur ce métabolite par rapport aux autres traitements appliqués seuls.

Par ailleurs, l'exposition des adultes de *S. granarius* aux molécules bioactives seules et combinées a induit une diminution significative ($F_{6, 14} = 451,3$; $P < 0,0001$) du contenu en glucides avec les deux concentrations appliquées (CL₂₅ et CL₅₀). Le test HSD de Tukey révèle 6 groupes de moyennes. De plus, on remarque que la combinaison E+β est le traitement qui a plus d'effet sur ce constituant.

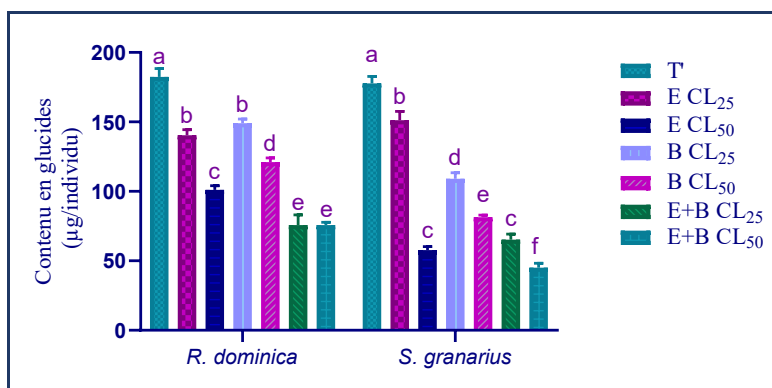


Figure 19. Effet seul et combiné des molécules bioactives sur le contenu en glucides (µg/individu) chez *R. dominica* et *S. granarius* (moyenne ± SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).

3.6.3. Effet sur le contenu en lipides

L'application seule et combinée des molécules bioactives a induit une diminution du contenu en lipides chez *R. dominica* ($F_{6, 14} = 397,3$; $P < 0,0001$). Le test HSD de Tukey révèle 4 groupes de moyennes. De plus, on note que l'effet le plus marqué est signalé après traitement avec la combinaison et le β-pinène. Par ailleurs, l'exposition des adultes de *S. granarius* aux molécules bioactives seules et combinées a induit une diminution significative ($F_{6, 14} = 341,3$; $P < 0,0001$) du contenu en lipides avec les deux concentrations appliquées (CL₂₅ et CL₅₀). Le test HSD de Tukey révèle 5 groupes de moyennes. De plus, on remarque que la combinaison E+β et l'eucalyptol ont plus d'effet sur ce constituant.

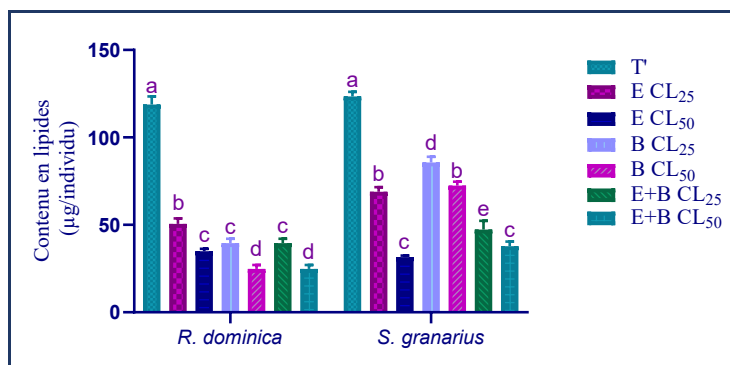


Figure 20. Effet seul et combiné des molécules bioactives sur le contenu en lipides (µg/individu) chez *R. dominica* et *S. granarius* (moyenne ± SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).

3.7. Effet du traitement sur les biomarqueurs physiologiques

L'effet seul et combiné des molécules bioactives (eucalyptol et β -pinène) a été évalué sur l'activité spécifique de trois biomarqueurs physiologiques à savoir la Phosphatase alcaline (PAL), l'Alanine aminotransférase (TGP), et l'Aspartate aminotransférase (TGO). Les résultats sont représentés dans les Figures 21, 22 et 23.

3.7.1. Effet sur la phosphatase alcaline (PAL)

Les résultats obtenus ont révélé une augmentation significative de la phosphatase alcaline (PAL) aussi bien chez les adultes de *R. dominica* ($F_{6, 14} = 111,5$; $P < 0,0001$) que chez les adultes de *S. granarius* ($F_{6, 14} = 66,52$; $P < 0,0001$) après traitement avec les molécules bioactives. Le test HSD de tukey a signalé 3 groupes de moyennes. De plus, on note que la combinaison et l'eucalyptol présentent l'effet le plus marqué sur ce biomarqueur chez les deux espèces testées (Fig. 21).

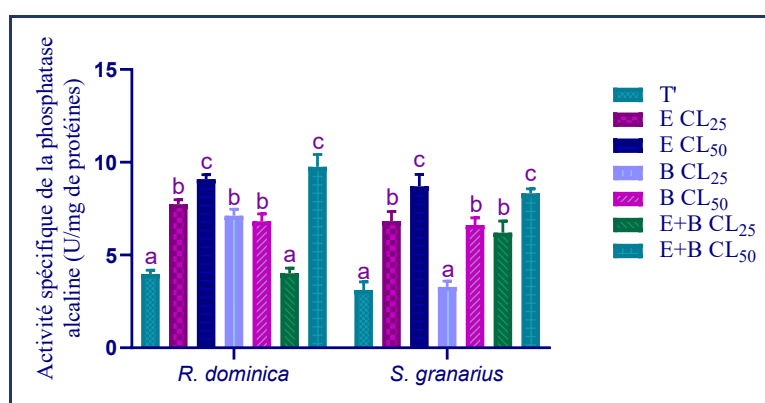


Figure 21. Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de la PAL (U/mg de protéines) chez *R. dominica* et *S. granarius* (moyenne $\pm$ SEM ; $n = 3$ répétitions contenant chacune 10 adultes).

3.7.2. Effet sur l'alanine aminotransférase (TGP/ALAT)

Chez les adultes de *R. dominica*, on a remarqué une augmentation significative de l'alanine aminotransférase ($F_{6,14} = 31,41$; $P < 0,0001$) suite au traitement par l'eucalyptol avec les deux doses et par la combinaison avec la dose la plus élevée (CL₅₀). Aucun effet n'a été signalé après traitement par le β -pinène et la CL₂₅ de la combinaison. Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey a mis en évidence 3 groupes (Fig. 22).

Par ailleurs chez *S. granarius*, Cette augmentation a été signalée après application seule et combinée de l'eucalyptol et le β -pinène ($F_{6,14} = 558,3$; $P < 0,0001$). L'effet le plus marqué est

constaté chez les adultes exposés au β -pinène et la combinaison. Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey a mis en évidence 5 groupes (Fig. 22).

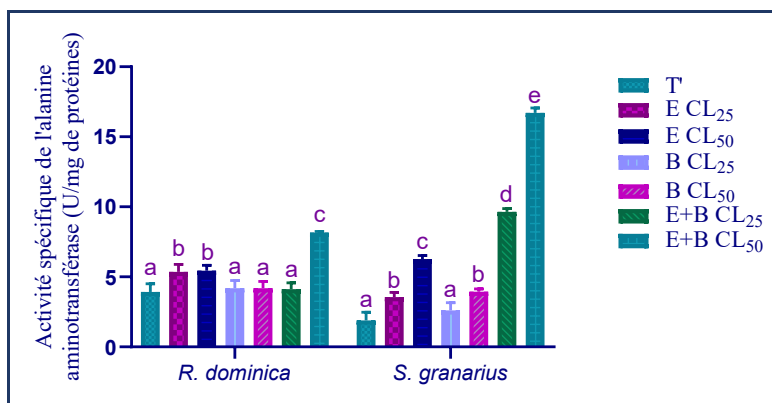


Figure 22. Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de l'ALAT (U/mg de protéines) chez *R. dominica* et *S. granarius* (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).

3.7.3. Effet sur l'aspartate aminotransférase (TGO/ASAT)

Une augmentation significative de l'aspartate aminotransférase ($F_{6,14} = 271,7$; $P < 0,0001$) a été constatée chez les adultes de *R. dominica* après exposition aux molécules bioactives. Un effet comparable est signalé par le β -pinène et l'eucalyptol, et l'effet marqué est signalé par la combinaison. Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey a mis en évidence 4 groupes (Fig. 23).

Par ailleurs chez *S. granarius*, Cette augmentation a été signalée après application seule et combinée de l'eucalyptol et le β -pinène ($F_{6,14} = 558,3$; $P < 0,0001$). L'effet le plus marqué est constaté chez les adultes traités par la combinaison et l'eucalyptol. Le classement des moyennes par le test HSD de Tukey a mis en évidence 5 groupes (Fig. 23).

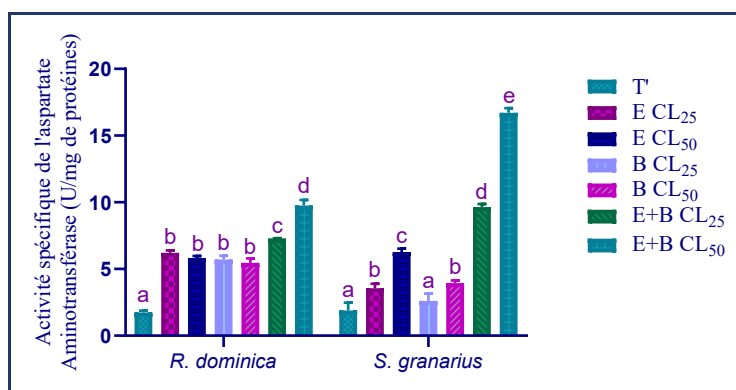


Figure 23. Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de l'ASAT (U/mg de protéines) chez *R. dominica* et *S. granarius* (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).

3.8. Effet du traitement sur le biomarqueur de neurotoxicité

Les adultes de *R. dominica* ont été traités avec les deux concentrations létales (CL₂₅ et CL₅₀) des molécules bioactives seules et en combinaison. Leurs effets ont été évalués sur l'activité spécifique d'un biomarqueur de neurotoxicité (AChE) à 72h après traitement. Les résultats sont représentés dans la Figure 24.

Chez *R. dominica*, l'application seule et combinée du β -pinène et d'eucalyptol a induit une inhibition de l'activité spécifique de l'AChE ($F_{6,14} = 286,1$: $P < 0,0001$), avec un effet comparable de ces deux molécules appliquées seules et un effet marqué de la combinaison. Le test HSD de tukey a signalé 4 groupes de moyennes.

Par ailleurs, une inhibition est signalée chez *S. granarius* ($F_{6,14} = 3203$: $P < 0,0001$) suite au traitement par les molécules bioactives appliquées seules et combinées avec l'effet marqué du β -pinène et la combinaison. Le test HSD de tukey a signalé 7 groupes de moyennes, chacun constitué d'une série (Fig. 24).

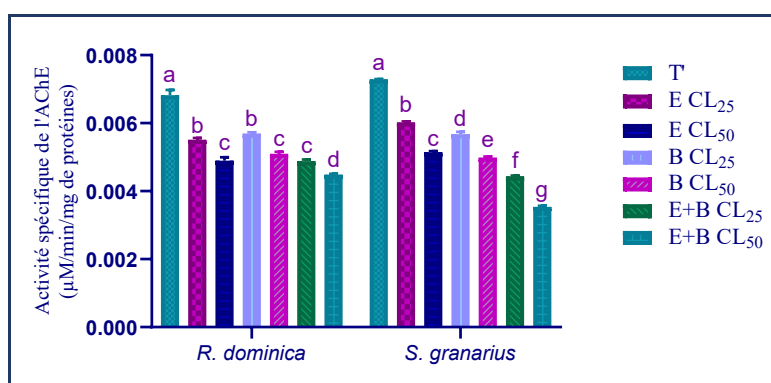


Figure 24. Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de l'AChE ($\mu\text{M}/\text{min}/\text{mg}$ de protéines) chez *R. dominica* et *S. granarius* (moyenne $\pm$ SEM ; $n = 3$ répétitions contenant chacune 10 adultes).

3.9. Effet du traitement sur les biomarqueurs de détoxification

Les résultats révèlent une augmentation significative de l'activité α -Estérase ($F_{6,14} = 1533$: $P < 0,0001$) chez les adultes de *R. dominica* exposés à l'eucalyptol et à la combinaison. Par contre, aucun effet n'a été signalé pour le β -pinène. Le test HSD de tukey a signalé 4 groupes de moyennes. La combinaison (E+B) est le traitement qui a plus d'effet sur ce biomarqueur (Fig. 25).

Concernant l'activité de β -Estérase, on note une augmentation significative de ce biomarqueur ($F_{6,14} = 782$: $P < 0,0001$) suite à l'application seule et combinée des molécules bioactives. Un effet marqué est signalé par la combinaison et l'eucalyptol. Le classement des moyennes a mis en évidence 4 groupes (Fig. 25).

Chez *S. granarius*, les résultats révèlent une augmentation significative de l'activité α -Estérase ($F_{6,14} = 295,7 : P < 0,0001$) suite au traitement par les molécules appliquées seules et en combinaison. La combinaison est le traitement qui a plus d'effet sur ce biomarqueur. Le test HSD de tukey a signalé 5 groupes de moyennes (Fig. 25).

Concernant l'activité de β -Estérase, on note une augmentation significative de ce biomarqueur ($F_{6,14} = 600,5 : P < 0,0001$) suite au traitement par les molécules bioactives. La combinaison est le traitement qui a plus d'effet sur ce biomarqueur. Le test HSD de tukey a signalé 4 groupes de moyennes (Fig. 25).

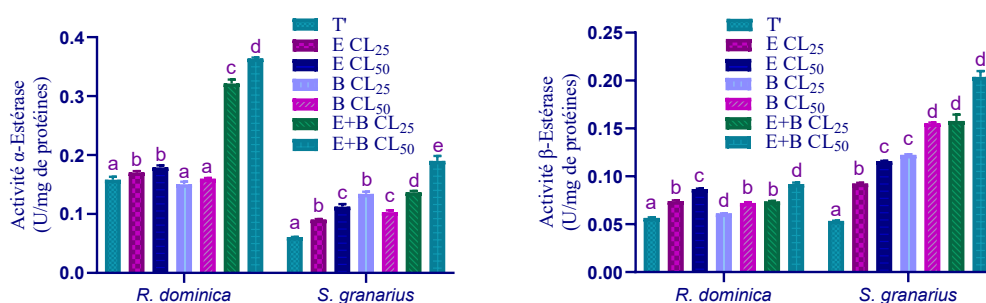


Figure 25. Effet seul et combiné des molécules bioactives sur l'activité spécifique de l' α et β -estérase (U/mg de protéines) chez *R. dominica* et *S. granarius* (moyenne $\pm$ SEM ; n = 3 répétitions contenant chacune 10 adultes).

DISCUSSION

IV. DISCUSSION

4.1. Rendement des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des métabolites secondaires produits par les plantes, jouant un rôle clé dans leur protection contre les ravageurs et les prédateurs, ainsi que dans l'attraction des pollinisateurs et la dispersion des grains (Wink, 2018). Elles correspondent à des mélanges complexes de composés volatils responsables des propriétés aromatiques et organoleptiques caractéristiques des plantes. Selon l'espèce végétale, ces huiles peuvent être localisées dans divers organes tels que les feuilles, les fleurs, les tiges, l'écorce, les racines, les fruits ou les grains (Baser, 2010), où elles s'accumulent au niveau des cellules spécialisées, des cavités sécrétrices, des canaux ou des poils glandulaires (Rehman *et al.*, 2016). Les huiles essentielles sont constituées majoritairement de composés lipophiles, transparents et hautement volatils, de faible masse moléculaire (inférieure à 300), physiquement séparables des autres constituants végétaux et généralement moins denses que l'eau, tout en étant solubles dans les solvants organiques (Sell, 2010). La nature et la proportion de ces composés conditionnent l'arôme, la saveur et, dans certains cas, la couleur des huiles essentielles, les monoterpènes oxygénés étant les principaux contributeurs aux caractéristiques olfactives et gustatives (Shakeel, 2018), tandis que d'autres composés expliquent les variations chromatiques observées entre espèces (Adorjan *et al.*, 2010).

L'*Eucalyptus globulus*, communément appelé gomme bleue, est largement reconnu pour son huile essentielle, qui est largement utilisée dans des applications pharmaceutiques, cosmétiques et industrielles (Batish *et al.*, 2008). Le rendement en huile essentielle d'*E. globulus* varie considérablement en fonction de la partie de la plante ; les feuilles produisent généralement des quantités plus importantes que les fruits en raison de leur plus grande densité de glandes à huile (Sebei *et al.*, 2015). Plusieurs études ont montré que les conditions environnementales, notamment la fertilité du sol, la situation géographique et les facteurs climatiques, ont également un impact sur le rendement en huile d'*E. globulus*. En outre, les variations saisonnières jouent un rôle essentiel, des rendements plus élevés étant généralement observés en été en raison de la biosynthèse accrue des métabolites secondaires dans des conditions plus chaudes (Sebei *et al.*, 2015). La méthode d'extraction de l'huile est un autre facteur important qui influe sur le rendement. L'hydrodistillation est la technique la plus couramment utilisée, l'efficacité de l'extraction varie en fonction de certains paramètres tels que la préparation du matériel végétal, la durée de la distillation et le contrôle de la

température (Batish *et al.*, 2008). Le processus de séchage du matériel végétal avant l'extraction est particulièrement important, car il réduit la teneur en eau et facilite la libération de l'huile (Guimarães *et al.*, 2025).

Dans notre étude, le rendement en huile essentielle obtenu par hydrodistillation de l'*Eucalyptus globulus* a été enregistré à 2,16 % pour les feuilles et à 2,64 % pour les fruits.

En Algérie, *E. globulus* a présenté des rendements variables allant de 0,2% à 2,53%. Les rendements les plus élevés ont été observés à Bejaia, avec un taux de 2,53% rapporté à la fois par Harkat-Madouri *et al.* (2015). D'autres rendements significatifs ont été rapportés à Constantine, où ils varient de 0,93% (Atmani-Merabet *et al.*, 2018) à 2,5% (Daroui-Mokaddem *et al.*, 2010). Des rendements plus faibles ont également été rapportés à Tizi Ouzou, avec une teneur de 0,48 % pour les feuilles (Taleb-Toudert, 2015) et de 0,4 % pour les fruits (Said *et al.*, 2016) et à Blida (0,2 %) (Boukhatem *et al.*, 2014).

A l'échelle mondiale, des variations ont été signalées dans différentes régions; les rendements les plus élevés ont été enregistrés dans les zones à climat tropical et subtropical. En Inde, Jain *et al.* (2012) ont rapporté un rendement de 1,5 % à partir des feuilles d'Eucalyptus cultivées dans les régions subtropicales, où les températures et les niveaux d'humidité les plus élevés favorisent la biosynthèse de l'huile. Au Maroc, Derwich *et al.* (2009) ont rapporté un rendement de 1,21 %, tandis qu'au Pakistan, Ghaffar *et al.* (2015) ont observé un rendement de 1,89 %. En Nigéria, Akolade *et al.* (2012) ont rapporté un rendement plus faible de 0,96%. En Amérique du Sud, plusieurs études ont montré des résultats variables, de 3,10% au Brésil (Mossi *et al.*, 2011), et de 1,31% à 2,25% en Argentine (Lucia *et al.*, 2008; Vázquez *et al.*, 2012; Cabrera *et al.*, 2015).

En ce qui concerne les fruits d'Eucalyptus, les rendements en huile essentielle sont généralement inférieurs à ceux obtenus à partir des feuilles, comme le rapportent la majorité des études. Toutefois, contrairement à ces observations, nos résultats montrent des rendements en huile essentielle plus élevés pour les fruits que pour les feuilles. Des rendements comparables ou plus faibles ont également été rapportés par Mulyaningsih *et al.* (2010) en Indonésie, Pereira *et al.* (2005) au Portugal et Selvakumar (2012) en Inde, avec des valeurs respectives de 0,7 %, 1,6 % et 0,7 %.

Ces différences peuvent s'expliquer par l'influence des conditions géoclimatiques, des facteurs agronomiques, de l'âge physiologique du matériel végétal, du génotype, ainsi que par les méthodes et les conditions d'extraction employées (Gilles *et al.*, 2010 ; Bagheri *et al.*, 2014).

4.2. Composition chimique des huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus*

Les huiles essentielles présentent une large gamme d'activités biologiques, notamment insecticide, antibactérienne, antioxydante, anti-inflammatoire, larvicide et allélopathique, en raison de la grande diversité de composés chimiques qu'elles renferment (Sousa *et al.*, 2013). Leur composition chimique varie non seulement par le nombre et la nature des molécules présentes, mais également par leurs structures chimiques. À titre d'exemple, la majorité des huiles essentielles contient des monoterpènes et des sesquiterpènes naturels portant divers groupes fonctionnels, lesquels sont largement impliqués dans les activités antibactériennes et antifongiques (Sridhar *et al.*, 2003).

Ces variations de composition peuvent résulter de plusieurs facteurs, notamment la méthode d'extraction, les conditions climatiques, la nature du sol, l'organe végétal utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle, l'âge de la plante et le stade de son cycle végétatif (Angioni *et al.*, 2006). De même, Sohani *et al.* (2012) ont rapporté que les huiles essentielles issues d'une même espèce végétale peuvent présenter des profils chimiques distincts en fonction de la région géographique. Selon Franz *et al.* (1993), la variabilité chimique des huiles essentielles est également influencée par la diversité génétique des plantes, les différents organes végétaux (racines, feuilles, tiges ou fleurs), les stades de développement et les facteurs environnementaux. L'ensemble de ces paramètres conditionne non seulement la qualité et le rendement, mais aussi l'efficacité biologique des huiles essentielles.

Les composés bioactifs présents dans les huiles essentielles sont traditionnellement utilisés à l'échelle locale comme biopesticides, mais leur exploitation par les industries commerciales demeure limitée, en raison de plusieurs facteurs affectant leur disponibilité et leur stabilité. Par ailleurs, les plantes productrices d'huiles essentielles sont largement utilisées en phytothérapie, souvent sans une connaissance approfondie de leur qualité ou de leur composition chimique, bien qu'elles présentent généralement moins d'effets secondaires que les produits de synthèse (Mariajancyrani *et al.*, 2014).

Les huiles essentielles peuvent être extraites de différentes parties des plantes, notamment les racines, les tiges, les fleurs, les feuilles ou les graines. Selon l'espèce végétale, les huiles essentielles sont stockées préférentiellement dans des organes spécifiques. À titre d'exemple, les espèces appartenant à la famille des Lamiaceae accumulent principalement leurs huiles essentielles dans les parties aériennes, tandis que celles de la famille des Rutaceae, en particulier le genre *Citrus*, les stockent majoritairement dans les écorces des fruits et les feuilles (Barra, 2009). La composition et le rendement des huiles essentielles varient selon

l'organe végétal, influençant directement leur efficacité biologique. Par exemple, chez *Salvia officinalis*, les fleurs sont riches en β -pinène, tandis que les feuilles contiennent davantage d' α - et β -thuyones (Perry *et al.*, 1999). De même, l'huile des feuilles de *Tagetes minuta* différerait de celle des graines, dominée par le dihydrotagétone (54,2 %) dans les feuilles et par le (Z)- β -ocimène dans les graines (Gupta *et al.*, 2012). Chez *Kadsura coccinea*, l'huile des racines contenait plus de composés que celle des feuilles ou des tiges et présentait la plus forte activité antioxydante et antimicrobienne, attribuée à sa richesse en monoterpènes oxygénés (Zhao *et al.*, 2021). Pour *Siparuna muricata*, l'huile des feuilles possédait plus de composés et une proportion plus élevée de monoterpènes hydrocarbonés que celle des fruits (Morochó *et al.*, 2023).

Eucalyptus globulus, originaire d'Australie, est également présent en Tasmanie et a été largement introduit et cultivé dans diverses régions du monde, notamment en Algérie, en raison de son adaptabilité et de sa valeur économique (Atmani-Merabet *et al.*, 2018). Les huiles essentielles dérivées de cette espèce sont largement utilisées à l'échelle mondiale, elles sont considérées comme sûres et non toxiques par la Food and Drug Administration des États-Unis et leur usage comme agent aromatisant dans les aliments a été approuvé par le Conseil de l'Europe (Batish *et al.*, 2008). Ces huiles se caractérisent par une forte teneur en 1,8-cinéole (eucalyptol), responsable de leurs propriétés aromatiques et thérapeutiques. Elles contiennent un mélange complexe de composés chimiques, incluant des monoterpènes, sesquiterpènes, phénols aromatiques, oxydes, éthers, alcools, esters, aldéhydes et cétones, dont la proportion varie selon les organes de la plante et les variétés (Batish *et al.*, 2008).

Des études ont montré que, si le 1,8-cinéole est généralement le composant dominant des huiles essentielles des feuilles d'*Eucalyptus globulus*, les huiles extraites des fruits peuvent présenter des composés majeurs différents ou des concentrations variables des mêmes constituants (Elaissi *et al.*, 2012). Boukhatem *et al.* (2014) ont rapporté que, dans des feuilles récoltées à Blida (Centre algérien), l'eucalyptol représentait 85,8 % de l'huile essentielle, suivi de l' α -pinène (7,2 %) et du β -myrcène (1,5 %). Ces résultats diffèrent de ceux obtenus par Atmani-Merabet *et al.* (2020) pour des plantes récoltées à Constantine, où le 1,8-cinéole (78,45 %) et l'o-cymène (2,18 %) étaient les principaux composants. De manière générale, les analyses d'huiles essentielles d'eucalyptus récoltées sur différents sites en Algérie révèlent une variabilité notable de la teneur en 1,8-cinéole, allant de 47,05 % à 53,3 % (Atmani-Merabet -Madouri *et al.*, 2015).

Dans la présente étude, nous avons analysé la composition chimique des huiles essentielles extraites des feuilles et des fruits d'*Eucalyptus globulus*. Nos résultats révèlent des différences

notables dans les constituants majeurs entre les deux organes. Pour les fruits, les composés les plus abondants sont le 1,8-cinéole (47,6%), le ρ -cymène (15,7%), et le terpinen-4-ol (7,1%), alors que pour les feuilles, les constituants prédominants sont le ρ -cymène (27,3%), le 1,8-cinéole (25,2%), et le spathulénol (8,1%).

Nos résultats sont proches de ceux de [Tsiri et al. \(2003\)](#) et de [Cimanga et al. \(2002\)](#), qui ont montré que le 1,8-cinéole constituait le composé majoritaire des huiles essentielles d'Eucalyptus. Les profils chimiques de nombreuses autres espèces du genre Eucalyptus ont également été rapportés dans la littérature ([Batista-Pereira et al., 2006](#)) et apparaissent comparables à ceux obtenus dans la présente étude. Toutefois, une étude menée à Sfax (Tunisie) sur les feuilles d'*Eucalyptus globulus* a montré que l'huile essentielle était principalement composée de 1,8-cinéole (48,2%), d' α -pinène (16,1 %) et de ρ -cymène (8,8%), un profil chimique comparable à celui observé dans notre étude ([Jerbi et al., 2017](#)).

Par ailleurs, les huiles essentielles des feuilles d'*Eucalyptus globulus* présentent des variations similaires. Des teneurs en 1,8 cinéole inférieures à 50 % ont été rapportées en Égypte (21,4 %), au Maroc (22,4 %), en Inde (33,6 % et 44,4 %), en République démocratique du Congo (44,3 %) et en Iran (47,2 %) ([Derwich et al., 2009](#); [Tohidpour et al., 2010](#); [Tyagi et al., 2011](#); [Kumar et al., 2012](#); [Karemu et al., 2013](#); [Juergens, 2014](#)). À l'inverse, les concentrations les plus élevées (>80 %) ont été observées au Brésil (83,9%) ([Yones et al., 2016](#)), en Australie (81,1%) ([Maciel et al., 2010](#)), en Indonésie (86,5 %) ([Lee et al., 2001](#)), au Monténégro (85,8 %) ([Mulyaningsih et al., 2011](#)), en Italie (84,9 %) ([Damjanović-Vratnica et al., 2011](#)) et en Inde (81,9 %) ([Fratini et al., 2014](#)).

D'autre part, [Tan et al. \(2008\)](#) ont rapporté que les principaux composés des fruits d'*E. globulus* étaient l'eucalyptol (19,8 %), le β -pinène (3,8 %), l'isovaléraldéhyde (2,4 %) et le β -phellandrène (1,9 %), représentant environ 31,2 % des composés identifiés. En revanche, [Mulyaningsih et al. \(2010\)](#) ont observé dans l'huile essentielle des fruits d'*E. globulus*, la prédominance de l'aromadendrène (31,2 %) et du globulol (10,7 %), suivis par l'eucalyptol (14,5 %), le β -phellandrène (2,6 %) et le β -pinène (1,5 %). En outre, les travaux de [Lahlou et al. \(2020\)](#) ont mis en évidence une forte abondance du 1,8-cinéole et du ρ -cymène dans les huiles essentielles de fruits récoltés au Maroc, révélant des profils chimiques globalement comparables. À l'inverse, [Ullah et al. \(2017\)](#) ont rapporté la prédominance de l' α -pinène et du limonène dans les fruits provenant du Pakistan, en nette divergence avec les résultats de la présente étude.

De plus, plusieurs études ont montré que la composition chimique des huiles essentielles de fruits d'Eucalyptus varie selon l'espèce et la région de culture. [Özel et al. \(2008\)](#) ont rapporté

une prédominance de sesquiterpènes dans *E. camaldulensis* de Turquie, tandis que [Koundal et al. \(2016\)](#) et [Silva et al. \(2011\)](#) ont observé une forte proportion de monoterpènes, principalement le β -pinène et l'eucalyptol, respectivement, dans *E. citriodora* et *E. cinerea*. En Sardaigne, [Barra et al. \(2010\)](#) ont identifié le p-cymène, l'eucalyptol et le β -phellandrène comme principaux constituants des parties aériennes d'*E. camaldulensis*, alors que [Marzoug et al. \(2011\)](#) ont montré que les fruits d'*E. oleosa* contenaient majoritairement l'eucalyptol, le β -eudesmol, le β -selinène et le p-cymène. La dominance du 1,8-cinéole dans les fruits suggère que ces huiles sont riches en monoterpènes, qui sont généralement synthétisés en réponse à des facteurs de stress biotiques et abiotiques ([Bakkali et al., 2008](#)).

Les variations de composition des huiles essentielles entre les organes végétaux peuvent s'expliquer par la compartimentation et l'interconnexion des voies biosynthétiques des monoterpènes et des sesquiterpènes, ainsi que par la co-régulation de gènes impliqués dans la biosynthèse des terpènes, conduisant à des profils chimiques spécifiques selon les parties de la plante ([Andrew et al., 2013](#)).

4.3. Caractérisation des microémulsions

Les huiles essentielles (HEs) sont reconnues pour la diversité et l'intensité de leurs activités biologiques. Toutefois, leur valorisation et leur application à l'échelle pratique demeurent souvent limitées par plusieurs contraintes physicochimiques liées à leur manipulation, leur formulation et leur stockage. En effet, en raison de leur nature hautement volatile et de leur richesse en composés terpéniques, les huiles essentielles sont particulièrement sensibles aux phénomènes de dégradation chimique. Elles peuvent ainsi subir diverses transformations, notamment des réactions d'oxydation, d'isomérisation, de polymérisation ou encore de réarrangement moléculaire. Ces processus sont largement influencés par des facteurs environnementaux tels que la température, l'exposition à la lumière et la présence de l'oxygène atmosphérique, lesquels peuvent altérer la stabilité, l'efficacité biologique et la reproductibilité de leurs effets ([Turek & Stintzing, 2013](#)). Ces problèmes d'instabilité peuvent entraîner une réduction ou une perte d'efficacité ([Isman, 2000](#)). De plus, les HEs possèdent de faibles propriétés physico-chimiques, telles que l'insolubilité dans l'eau (les HEs étant des composés lipophiles), une forte volatilité et une demi-vie rapide, ce qui rend les HEs difficiles à manipuler et à utiliser ([Pavoni et al., 2019](#)).

Dans ce contexte, la nanoencapsulation apparaît à la fois comme l'un des principaux défis technologiques et comme une approche particulièrement prometteuse pour la valorisation des

huiles essentielles. Grâce à leur taille subcellulaire, les nanovecteurs permettent d'améliorer la bioactivité des HEs en favorisant une pénétration tissulaire plus profonde et une absorption cellulaire facilitée. Ils offrent également la possibilité de contrôler et de moduler la libération des principes actifs au niveau du site cible, tout en améliorant les propriétés physicochimiques des HEs, notamment leur stabilité, leur dispersibilité en milieu aqueux et leur protection vis-à-vis des facteurs environnementaux responsables de leur dégradation, tels que la volatilité, l'oxydation ou la lumière (Perlatti *et al.*, 2013).

Dans cette optique, la nanotechnologie a conduit au développement de diverses stratégies de formulation, pouvant être classées selon leur état physique ou leur composition. Celles-ci incluent notamment les nanoparticules polymériques, métalliques ou d'oxydes métalliques, ainsi que les vecteurs lipidiques tels que les liposomes, les nanoparticules lipidiques solides, et les systèmes dispersés de type micro- et nanoémulsions (Pavoni *et al.*, 2020).

Parmi ces différentes approches, les microémulsions (MEs) et les nanoémulsions (NEs) se distinguent par leur facilité de formulation, leur manipulation aisée et leur faible coût de production. Elles sont particulièrement adaptées à l'incorporation de composés lipophiles ou faiblement solubles dans l'eau, comme les huiles essentielles, nécessitant une dispersion homogène en milieu aqueux, notamment dans des applications phytosanitaires ou agroalimentaires (Khater *et al.*, 2021). En outre, ces systèmes d'administration contribuent à améliorer la biodisponibilité et, par conséquent, l'efficacité biologique des composés actifs, grâce à leur solubilisation sous forme de fines gouttelettes huileuses (Pavoni *et al.*, 2019).

Ces dernières années, l'intérêt croissant pour les microémulsions, en particulier celles à base d'huiles essentielles, s'explique par l'essor rapide de la nanotechnologie et l'élargissement de ses applications dans divers domaines. Les microémulsions sont des systèmes colloïdaux isotropes, transparents et thermodynamiquement stables, constitués d'une phase huileuse, d'eau, de surfactants et généralement de co-surfactants. Elles se distinguent des nanoémulsions par leur stabilité thermodynamique, ces dernières n'étant que cinétiquement stables (Angelico *et al.*, 2022). Obtenues par un processus d'émulsification spontanée, les microémulsions présentent des gouttelettes de taille nanométrique, généralement inférieure à 100 nm, ce qui leur confère une surface spécifique élevée par rapport aux émulsions conventionnelles. Selon l'organisation des phases, elles peuvent adopter différentes structures, notamment huile-dans-eau (O/W), eau-dans-huile (W/O) ou des structures bicontinues, caractérisées par des fractions volumiques comparables des phases aqueuse et huileuse. (Kalogianni *et al.*, 2017 ; De Sá *et al.*, 2020).

Ces systèmes se distinguent par une faible viscosité, une très faible tension interfaciale et une large surface interfaciale entre les phases immiscibles. Grâce à leur formation spontanée, leur stabilité thermodynamique, leur transparence optique et leur facilité de mise en œuvre et de mise à l'échelle, les microémulsions constituent d'excellents vecteurs de composés bioactifs, capables d'incorporer aussi bien des molécules lipophiles que hydrophiles (Kalogianni *et al.*, 2017 ; Menezes de Sá *et al.*, 2020).

Les propriétés organoleptiques, telles que la texture, l'apparence et l'odeur, jouent un rôle déterminant dans l'acceptation des formulations par les consommateurs, en particulier dans les secteurs cosmétique et alimentaire (Patel *et al.*, 2018). Par ailleurs, les propriétés physicochimiques, notamment la taille moyenne des gouttelettes ($z\text{-Ave}$), l'indice de polydispersité (PDI), la viscosité et le comportement des phases, influencent directement la stabilité et les performances des microémulsions, rendant leur caractérisation essentielle lors du développement des formulations (Suhail & Rosenholm, 2019). La dispersion homogène des phases et l'absence d'agrégats constituent des atouts majeurs des microémulsions, contribuant à leur stabilité et à leur efficacité à long terme (Rakshit & Moulik, 2019). En accord avec des études antérieures, les systèmes microémulsionnés permettent d'obtenir des gouttelettes de petite taille et bien distribuées, améliorant ainsi l'efficacité de délivrance des formulations à usage pesticide (Shao *et al.*, 2018 ; Souza *et al.*, 2021).

Les résultats de notre étude montrent que les microémulsions d'huiles essentielles (EO-MEs) et celles contenant des molécules bioactives (MB-MEs) se distinguent par leurs propriétés physico-chimiques optimales. Le pH, mesuré entre 4,49 et 5,11, est légèrement acide, une caractéristique qui joue un rôle clé dans la conservation chimique en limitant le développement microbien et en favorisant la stabilité des composants actifs sensibles au pH. Ces valeurs de pH sont également compatibles avec une utilisation potentielle sur des matrices biologiques, telles que la peau ou les membranes muqueuses, réduisant ainsi les risques d'irritation. Par ailleurs, la conductivité électrique des microémulsions, variant entre 34,4 et 42,7 $\mu\text{S/cm}$, indique la présence d'une phase continue aqueuse. Cette propriété est essentielle pour la diffusion efficace des composés hydrosolubles et pour le transport des molécules actives dans des environnements biologiques. La conductivité modérée reflète également une composition bien équilibrée en termes de proportions entre les phases aqueuse et huileuse, garantissant une stabilité prolongée du système colloïdal (Moghimipour *et al.*, 2013).

Les tailles de particules inférieures à 100 nm, telles que celles obtenues pour l'ensemble des microémulsions formulées, sont reconnues pour conférer une stabilité thermodynamique

élevée aux systèmes colloïdaux (McClements *et al.*, 2012). Dans la présente étude, la taille moyenne des gouttelettes variait de 24,18 à 56,98 nm, confirmant la formation de microémulsions nanoscalaires stables. Les MB-MEs chargées en 1,8-cinéole se distinguaient par les plus petites tailles de gouttelettes, traduisant une meilleure organisation du système, tandis que les HE-MEs issues des fruits présentaient des tailles légèrement plus élevées, suggérant une influence de la composition de l'huile essentielle sur la structuration des gouttelettes.

Par ailleurs, les valeurs de l'indice de polydispersité (PDI), comprises entre 0,314 et 0,448, indiquent une distribution de taille globalement homogène pour toutes les formulations. Les HE-MEs des feuilles, caractérisées par le PDI le plus faible, témoignent d'une population de gouttelettes plus uniforme, alors que les autres systèmes, bien que légèrement plus polydisperses, demeurent dans la plage acceptable pour des microémulsions stables. Dans l'ensemble, la combinaison de tailles nanométriques et de faibles valeurs de PDI confirme la bonne stabilité et l'homogénéité des formulations, soutenant leur adéquation pour des applications biologiques ultérieures (McClements *et al.*, 2012; Moghimipour *et al.*, 2013).

Kumar *et al.* (2013b) ont rapporté que la réduction de la taille des particules joue un rôle fondamental dans la stabilité des systèmes colloïdaux, en minimisant les phénomènes de séparation de phases tels que la coalescence, la floculation ou la sédimentation, qui peuvent altérer la qualité physicochimique et la performance de la formulation. En effet, les systèmes nanométriques présentent une surface interfaciale spécifique très élevée, favorisant une dispersion uniforme des phases et une meilleure homogénéité du système. Cette caractéristique contribue également à une stabilité thermodynamique accrue et à une distribution plus homogène des principes actifs à l'échelle moléculaire, garantissant ainsi une libération contrôlée et reproductible des composés encapsulés. Enfaite, les microémulsions de petite taille (20- 60nm) permettent une meilleure pénétration à travers les barrières biologiques, comme les membranes cellulaires, grâce à leur capacité à interagir efficacement avec les lipides membranaires. Cela améliore la libération des actifs hydrophobes ou hydrophiles encapsulés dans la phase huileuse ou aqueuse (Kogan & Garti, 2006).

Moghimipour *et al.* (2013) ont mené des études approfondies visant à évaluer la stabilité physique et la microstructure des microémulsions à l'aide d'observations visuelles prolongées, de tests de centrifugation et d'analyses thermiques. Leurs résultats ont montré l'absence de séparation de phase, de précipitation ou de floculation après un suivi de trois mois, ainsi que le maintien de l'homogénéité après centrifugation à 10 000 tr/min pendant 30 min, témoignent d'une structure interne robuste capable de résister aux contraintes

mécaniques et au stockage à long terme. Cette stabilité physico-structurale constitue un facteur déterminant pour l'efficacité des microémulsions en tant que systèmes de délivrance, en assurant le maintien de l'homogénéité, de la biodisponibilité et des performances biologiques dans le temps (McClements *et al.*, 2012; Moghimipour *et al.*, 2013).

En outre, les propriétés organoleptiques et physicochimiques uniques des microémulsions présentent un intérêt croissant dans le domaine de l'agriculture en raison de leurs propriétés physicochimiques favorables et de leur potentiel à améliorer l'efficacité et la durabilité des formulations. Leur stabilité thermodynamique et leur nature isotrope leur permettent de former des systèmes homogènes, particulièrement adaptés à l'incorporation d'ingrédients actifs tels que les pesticides, les herbicides, les engrais et les huiles essentielles, en améliorant leur solubilité et leur biodisponibilité. À ce titre, les microémulsions figurent parmi les nanovecteurs les plus étudiés pour la formulation des huiles essentielles dans les applications agricoles et agroalimentaires, notamment en raison de leur facilité de préparation, de leur grande stabilité, de leur sécurité d'utilisation et de leurs faibles coûts de fabrication (Grifoni *et al.*, 2024). Les microémulsions offrent également des propriétés de libération contrôlée et prolongée, garantissant que les produits agrochimiques sont délivrés sur une période prolongée, ce qui améliore leur efficacité et réduit la fréquence des applications (McClements & Jafari, 2018). Par ailleurs, leur capacité à incorporer des composés hydrophiles et hydrophobes dans une seule formulation élargit leur applicabilité à une large gamme de produits chimiques agricoles (Sharma *et al.*, 2021).

Dans ce contexte, les microémulsions à base d'huiles essentielles (HE-MEs) ont été mises en évidence comme une stratégie efficace pour stabiliser les propriétés physicochimiques de composés bioactifs d'origine végétale, tout en préservant leur activité biologique (Cespi *et al.*, 2017). Plusieurs études ont montré que l'incorporation de molécules volatiles au sein de microémulsions permet de limiter leur dégradation et leur volatilisation, assurant ainsi le maintien de leur efficacité insecticide. Grâce à leur organisation nanométrique et à leur capacité à moduler la libération des principes actifs, les HE-MEs favorisent une action insecticide plus durable et homogène. Ces caractéristiques font des microémulsions une approche prometteuse pour le développement d'insecticides botaniques efficaces, éco-compatibles et adaptés aux exigences actuelles d'une protection des cultures durable (Pavela *et al.*, 2019).

4.4. Activité insecticide des traitements

Les substances naturelles, particulièrement les huiles essentielles (HEs), ont été proposées comme alternatives prometteuses pour la protection des denrées stockées contre les insectes (Lengai *et al.*, 2020). Ces HEs sont des mélanges complexes comprenant des terpènes, des composés aromatiques et aliphatiques. Parmi celles-ci, les monoterpènes et les sesquiterpènes dominent en fréquence (Bakkali *et al.*, 2008). Grâce à la diversité de leurs modes et sites d'action, les huiles essentielles présentent une large activité biologique contre de nombreux insectes, agissant comme agents insecticides, répulsifs, fumigants, anti-appétants ou attractifs. Leurs constituants sont généralement considérés comme peu toxiques pour les mammifères et se caractérisent par une faible persistance sur les plantes. Les huiles essentielles peuvent être utilisées directement comme biopesticides, comme substances actives ou comme adjuvants dans des formulations phytosanitaires (Mossa, 2016). Leur caractère lipophile facilite leur pénétration à travers les téguments des insectes, entraînant des perturbations métaboliques conduisant à la mortalité (Lee *et al.*, 2004).

La toxicité des huiles essentielles dépend de plusieurs facteurs, notamment la masse moléculaire de leurs constituants, les voies d'entrée dans l'organisme et les mécanismes d'action impliqués (Abou-Taleb *et al.*, 2016; Carrasco *et al.*, 2016). De manière générale, leurs effets sur les écosystèmes et la santé humaine sont considérés comme moins nocifs que ceux des pesticides de synthèse, plusieurs huiles essentielles étant classées comme «Generally Recognized as Safe » (GRAS) par la Food and Drug Administration (Koul *et al.*, 2008). Biodégradables et faiblement toxiques pour les organismes non cibles, elles constituent ainsi une alternative écologique prometteuse aux pesticides conventionnels. Toutefois, leur mise en œuvre reste limitée par des contraintes de stabilité, les huiles essentielles étant sensibles à l'oxydation et se dégradant rapidement sous l'effet de la lumière, de l'oxygène et de températures modérées, ce qui peut entraîner une variabilité de leur efficacité en conditions environnementales diverses (Assadpour *et al.*, 2023; Rubika *et al.*, 2024).

Afin de surmonter les contraintes liées à la stabilité et à l'efficacité des huiles essentielles comme biopesticides, l'émulsification en microémulsions est couramment utilisée (Gupta *et al.*, 2023). Ces dispersions liquides stables et transparentes, aux gouttelettes très fines (100–400 nm), protègent les composés actifs, assurent une diffusion homogène, améliorent leur biodisponibilité et permettent une libération contrôlée, prolongeant ainsi la persistance et l'efficacité insecticide des huiles essentielles (Jalali-Jivan *et al.*, 2019; López *et al.*, 2021; Souto *et al.*, 2022).

Plusieurs études ont confirmé que l'encapsulation peut améliorer à la fois l'activité insecticide et la durabilité des pesticides (Christofoli *et al.*, 2015; Kedia & Dubey, 2018). La libération progressive du principe actif dans les pesticides encapsulés permet de réduire les doses nécessaires pour le contrôle des ravageurs, tout en diminuant les effets indésirables sur les organismes non ciblés (Christofoli *et al.*, 2015).

Dans notre étude, l'activité insecticide des huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus* et de leurs constituants monoterpéniques a été testée contre deux ravageurs majeurs des produits céréaliers stockés, *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius*. Les différentes formulations testées, incluant les huiles issues des feuilles et des fruits, l'eucalyptol, le β -pinène ainsi que leur combinaison, ont démontré une activité fumigante élevée.

De manière générale, l'efficacité biologique des huiles essentielles est largement attribuée aux interactions synergiques entre leurs divers constituants actifs, qui peuvent être utilisés seuls ou en combinaison pour une gestion efficace des ravageurs (Afshar *et al.*, 2017). L'efficacité insecticide des composés purs dérivés d'huiles essentielles varie selon la nature chimique du composé, la concentration appliquée, le stade de développement ciblé et l'espèce d'insecte concernée (Arokiyaraj *et al.*, 2022). Des travaux antérieurs réalisés au niveau de notre laboratoire de recherche ont évalués la bioactivité d'une large gamme d'HEs et de leurs constituants contre *R. dominica* et *Sitophilus granarius* (Tine *et al.*, 2017; Guettal *et al.*, 2020a; Sayada *et al.*, 2022; Tine-Djebbar *et al.*, 2023; Abes *et al.*, 2024). L'activité insecticide de l'HE d'*Eucalyptus globulus* a été signalée contre divers insectes nuisibles aux produits stockés, dont *T. castaneum* (Ebadollahi & Taghinezhad, 2020), *Oryzaephilus surinamensis* (Abd El-Salam *et al.*, 2019), *Ephestia kuehniella* (Rekioua *et al.*, 2022), *Tribolium confusum* (Tine *et al.*, 2023), *Trogoderma granarium* (Soltani *et al.*, 2025) et *Sitophilus granarius* (Demeter *et al.*, 2021).

De nombreuses études confirment le potentiel des huiles essentielles comme biopesticides efficaces contre les ravageurs des denrées stockées, notamment *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius*. Les huiles essentielles de différentes espèces d'*Eucalyptus* (*E. microtheca*, *E. procera*, *E. spatulata* et *E. torquata*) ont ainsi montré une activité insecticide marquée contre *R. dominica*, principalement attribuée à leurs constituants chimiques (Ebadollahi *et al.*, 2022). Sur le plan mécanisme, plusieurs travaux indiquent que l'activité insecticide des huiles essentielles et de certains de leurs constituants, notamment les monoterpénoïdes, repose en partie sur l'inhibition de l'acétylcholinestérase (AChE), perturbant ainsi la transmission nerveuse chez *R. dominica* et *S. granarius* (López & Pascual-Villalobos, 2010 ; Polatoğlu *et al.*, 2015).

Plusieurs constituants des HEs ont prouvé leur potentiel insecticide. L'eucalyptol (1,8-cinéole) est le principal constituant toxique de l'huile essentielle de nombreuses espèces d'eucalyptus (Kumar *et al.*, 2013a). Grâce à sa lipophilie et à sa volatilité, ce monoterpène pénètre rapidement dans le corps de l'insecte et perturbe ses fonctions physiologiques (Cai *et al.*, 2021). Ce constituant a présenté une activité insecticide contre divers ravageurs des denrées stockées, tels que *S. oryzae*, *T. castaneum* et *R. dominica* (Aggarwal *et al.*, 2001; Lee *et al.*, 2003; Liska *et al.*, 2010). Sa toxicité est la plus élevée contre *T. castaneum* ($CL_{50} = 7,4 \mu\text{L/L}$ d'air), comparativement au p-cymène et à la menthone ($CL_{50} = 11,4$ et $8,5 \mu\text{L/L}$ d'air, respectivement) (Shaaya *et al.*, 1997). Plusieurs études ont démontré que l'application de carvacrol, 1,8 cinéole et eugénol ($10 \mu\text{L/L}$ d'air) par fumigation a induit une forte mortalité des adultes de *C. maculatus* à 24 h après traitement (Ajayi *et al.*, 2014). La toxicité de nombreux composés organiques volatils (COV) tels que le 1,8 cinéole, le caryophyllène, le limonène, le citral et le linalol pourrait être la principale cause des propriétés insecticides de nombreuses huiles essentielles (Ebadollahi *et al.*, 2022). Rozman *et al.* (2006) ont également rapporté l'activité insecticide du carvacrol, du 1,8 cinéole et du camphre contre *Cryptolestes ferrugineus*.

D'autre part, le β -pinène, un hydrocarbure monoterpénique, a présenté une activité insecticide contre *Sitophilus zeamais* (Yıldırım *et al.*, 2013), *T. castaneum* (García *et al.*, 2005) et *S. oryzae* (Park *et al.*, 2021). García *et al.* (2005) rapportent également les bioactivités de plusieurs sesquiterpènes et d'un certain nombre de monoterpènes sur *Tribolium castaneum*. Ils ont démontré que les molécules pures présentant une activité toxique étaient l' α -terpinéol, la pulégone et le β -pinène. L'étude de Sharma & Tiwari (2021) a révélé que l' α -pinène, le β -pinène, le linalol, le sabinène et le 1,8 cinéole étaient toxiques contre les adultes de *S. oryzae* avec une efficacité élevée du 1,8 cinéole suivi du β -pinène. Par ailleurs, Ogendo *et al.* (2010) ont rapporté des taux de mortalité variant entre 32,5 et 100 %, et entre 7,3 et 100 % chez *R. dominica*, *S. oryzae*, *Oryzaephilus surinamensis*, *Callosobruchus chinensis* et *T. castaneum*, exposés au β -pinène et à l' α -pinène. Les résultats de Jaffar & Lu (2022) ont indiqué que le carvacrol était le plus toxique contre *Bactrocera dorsalis* avec la CL_{50} la plus faible ($19,48 \text{ mg/ml}$), suivi de l' α -pinène ($27,94 \text{ mg/ml}$) et du β -pinène ($29,0 \text{ mg/ml}$). En revanche, le β -pinène ($CL_{50} : 31,4 \mu\text{L/L}$ d'air) et l' α -pinène ($CL_{50} : 31 \mu\text{L/L}$ d'air) se sont révélés les moins toxiques contre *Callosobruchus maculatus* (Ajayi *et al.*, 2014). Leurs résultats indiquent que ces terpènes présentaient une toxicité fumigante supérieure à celle de l'huile essentielle entière, suggérant que ces constituants sont probablement les principaux responsables de ses effets toxiques.

Bien que certains composés isolés présentent une activité insecticide marquée, de nombreux travaux montrent que l'efficacité des huiles essentielles repose principalement sur des interactions synergiques entre leurs constituants, amplifiant leurs effets biologiques sur les insectes (Pavela, 2008; Ntalli *et al.*, 2011; Tak & Isman, 2017). Selon ces études, les phénomènes de synergie ou d'antagonisme dépendent essentiellement de la structure moléculaire des composés, du type et de la position des groupements fonctionnels, ainsi que du rapport entre les composés utilisés. Dans la présente étude, les composés Eucalyptol et le β -pinène ont montré une interaction agoniste lorsqu'ils ont été combinés. Kumrungsee *et al.* (2014) ont également démontré que le thymol exerçait un effet antagoniste lorsqu'il était associé soit au 1,8-cinéole, soit au terpinéol. Bien que le thymol et le carvacrol présentent individuellement une activité significative contre les larves de *Galleria pyloalis*, leur mélange a conduit à une réponse différente. Sur cette base, il est possible de suggérer que ces composés pourraient entrer en compétition pour un site d'action similaire (Kumrungsee *et al.*, 2014).

D'autre part, de nombreuses études ont examiné l'effet synergique des huiles essentielles (HEs), de leurs composés actifs et de leurs combinaisons contre les insectes. Abbassy *et al.* (2009) ont rapporté que le terpinèn-4-ol et le γ -terpinène isolés de l'huile essentielle de *M. hortensis* présentent un effet synergique. Ces composés ont augmenté l'activité insecticide du profénofos et du méthomyl de 2 à 4 fois contre les larves de *S. littoralis*. Les effets synergiques des constituants pourraient être attribués aux différents mécanismes d'action de ces constituants chimiques. Faraone *et al.* (2015) ont rapporté le rôle important des composés secondaires et de leur effet synergique avec le composant majeur dans la toxicité des huiles essentielles. Ils ont constaté que l'action synergique des mélanges d'imidaclopride et d'huiles essentielles de *L. angustifolia* et *T. vulgaris* contre les insectes augmentait la toxicité de 16 à 20 fois. En revanche, les mélanges d'imidaclopride avec deux composés actifs, le linalol et le thymol, ont montré un effet synergique plus faible. Khalfi *et al.* (2006) ont confirmé l'activité insecticide de l'huile essentielle de la menthe verte et de deux composés actifs, le 1,8-cinéole et la carvone, contre *R. dominica*.

Cependant, l'application des huiles essentielles (HEs) est limitée par leur volatilité, leur instabilité et leur faible solubilité dans l'eau, ce qui réduit leur efficacité et leur persistance (Marrio *et al.*, 2002). Plusieurs études ont démontré que la nano-microformulation améliore significativement l'activité insecticide. Anjali *et al.* (2010) ont rapporté une augmentation de l'activité insecticide de l'huile de neem sous forme de nanoémulsion, attribuée à la très petite taille des gouttelettes (31,03 nm). De même, des nanoparticules chargées en huiles

essentielles d'ail ont montré une efficacité élevée contre *Tribolium castaneum* (Yang *et al.*, 2009). Tandis que de nouvelles approches nanotechnologiques ont permis d'améliorer la stabilité et l'activité insecticide de l'huile essentielle d'*Artemisia arborescens* grâce à son incorporation dans des nanoparticules lipidiques solides (Liu *et al.*, 2006; Vinutha *et al.*, 2013).

En outre, la microémulsion à base d'huile essentielle d'agrumes a montré une efficacité insecticide supérieure contre *Aleurocanthus woglumi* par rapport à l'huile essentielle pure, probablement en raison d'une meilleure solubilité et biodisponibilité des composés actifs dans la formulation (Oliveira *et al.*, 2024). Plusieurs travaux ont présenté une activité insecticide supérieure des microémulsions par rapport aux produits purs (Pereira *et al.*, 2009), attribuable à la présence d'émulsifiants et d'alcools à chaîne courte, qui augmentent la solubilité, la biodisponibilité et la pénétration des principes actifs dans les insectes (Krogh *et al.*, 2003). Les microémulsions se révèlent ainsi plus létales que d'autres types de formulations (Wang *et al.*, 2017).

La sécurité de la formulation est encore plus évidente lorsqu'on la compare aux insecticides chimiques. Carvalho *et al.* (2011) ont rapporté une réduction moyenne de 70 % de la viabilité des œufs de *Ceraeochrysa cubana* exposés à des insecticides utilisés contre la mouche noire des agrumes. En comparaison, la microémulsion conserve l'efficacité insecticide tout en préservant les organismes non cibles. Ces résultats sont en accord avec des études précédentes montrant que les formulations en microémulsion, grâce à leurs gouttelettes de très petite taille, améliorent la dispersion, la biodisponibilité et, par conséquent, l'efficacité des systèmes de délivrance des pesticides (Shao *et al.*, 2018; Souza *et al.*, 2021).

4.5. Activité répulsive des traitements

La répulsion constitue l'un des premiers mécanismes de défense développés par les plantes pour se protéger des attaques d'insectes herbivores. Ce phénomène physiologique, largement documenté dans la littérature (Jayakumar *et al.*, 2017), repose sur l'émission de composés volatils capables de perturber le contact, la piqure ou même le comportement de recherche d'hôte chez de nombreuses espèces d'insectes (Nerio *et al.*, 2009; Ebadollahi *et al.*, 2013). En agroécologie, cette propriété confère aux huiles essentielles un intérêt croissant en tant qu'alternative durable aux insecticides de synthèse, puisqu'elles agissent non pas en provoquant une mortalité directe, mais en détournant les ravageurs des surfaces traitées,

réduisant ainsi les dégâts tout en préservant l'environnement (Damalas & Eleftherohorinos, 2011).

L'activité répulsive des huiles essentielles dépend étroitement de leur composition chimique, de la volatilité de leurs constituants et de leurs interactions synergiques, qui déterminent leur capacité à stimuler les récepteurs olfactifs et gustatifs des insectes (Bedini *et al.*, 2024). Nos résultats s'inscrivent dans cette dynamique visant à comprendre non seulement l'intensité de la répulsion, mais aussi la rapidité, la durée et les mécanismes sous-jacents qui peuvent varier selon l'origine botanique de l'huile, la nature des molécules majoritaires et les conditions expérimentales (Mossa, 2016). Cette approche permet de mieux situer la performance des traitements évalués et de contribuer à la valorisation de stratégies de lutte plus sûres, plus écologiques et potentiellement plus efficaces contre *Rhyzopertha dominica*, *Sitophilus granarius* et d'autres insectes ravageurs de denrées stockées (Regnault-Roger *et al.*, 2012; Pavela & Benelli, 2016).

Cependant, leur efficacité n'est jamais absolue, elle varie en fonction du type d'ingrédient actif, de la formulation, du mode d'application et des conditions environnementales telles que la température, l'humidité ou la circulation de l'air, qui peuvent accélérer ou réduire l'évaporation des molécules actives (Bernard, 2020). Les tendances actuelles axées sur les systèmes de délivrance à base d'émulsions ont mis en évidence le fort potentiel des dispersions colloïdales, telles que les émulsions, les nanoémulsions et les microémulsions, en tant que vecteurs efficaces des huiles essentielles et de leurs composés bioactifs (Fanun, 2012).

Nos résultats montrent, chez *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius*, une activité répulsive avec des taux maximaux atteignant 95 % après 12 h avec les concentrations les plus élevées. Pour les deux espèces, l'ordre d'efficacité des traitements basé sur les RC_{50} est similaire, dominé par les huiles essentielles non formulées et leurs composés majeurs ($HEFR \geq \text{eucalyptol} \geq E+\beta$), suivis des microémulsions.

Ces observations confirment que l'origine botanique (partie de la plante) influence fortement la performance des huiles essentielles : les fruits sont les plus riches en composés volatils majeurs, donc ils exercent une action répulsive plus intense et plus rapide (Isman, 2020; Nerio *et al.*, 2010). Les résultats rapportés par Tine *et al.* (2023) mettent en évidence une activité répulsive marquée de l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* ainsi que du 1,8-cinéole contre les adultes de *Tribolium confusum*. Ces observations corroborent celles de Tine *et al.* (2021a), qui ont signalé un taux de répulsion de 85 % de l'huile essentielle d'*E. globulus* contre *Trogoderma granarium*. Des activités répulsives élevées ont également été décrites pour

d'autres espèces du genre *Eucalyptus*, notamment *Eucalyptus saligna*, avec un taux atteignant 98 % contre *T. confusum* (Tapondjou *et al.*, 2005). Des études récentes ont également confirmé que le 1,8-cinéole possède un spectre répulsif particulièrement large. Pavela *et al.* (2019) ont rapporté une répulsion notable contre *L. bostrychophila*, *T. confusum* et *R. dominica*, tandis que Dieudonné *et al.* (2022) ont montré que sa forte volatilité, associée à un coefficient de partage lipophile élevé, lui confère une capacité remarquable à pénétrer dans les systèmes sensoriels des coléoptères. De même, Aggarwal *et al.* (2001) ont démontré l'effet répulsif du 1,8-cinéole vis-à-vis de plusieurs coléoptères des denrées stockées, dont *R. dominica* et *S. oryzae*. De plus, Obeng-Ofori *et al.* (1997) ont rapporté une activité répulsive significative du 1,8-cinéole contre divers ravageurs des produits stockés, notamment *Sitophilus granarius*, *Tribolium castaneum*, *Sitophilus zeamais* et *Prostephanus truncatus*, avec des taux de répulsion atteignant jusqu'à 70 % avec les concentrations les plus élevées. Plusieurs études ont mis en évidence l'efficacité répulsive de différents composés naturels. Ainsi, Tine *et al.* (2017) ont rapporté un effet répulsif significatif de l'azadirachtine à l'égard des adultes de *R. dominica*, tandis que Hanif *et al.* (2016) ont observé une activité répulsive marquée de ce même composé contre *T. castaneum* et *R. dominica*, avec des taux atteignant respectivement 77,66 % et 81,48 %. De même, Tine-Djebbar *et al.* (2023) ont montré que le menthol présente un pouvoir répulsif très élevé (93,33 %) vis-à-vis des adultes de *R. dominica* après 30 min d'exposition à la concentration la plus élevée (20 µl/ml). Par ailleurs, le β-pinène présente généralement une activité répulsive modérée lorsqu'il est utilisé seul, comme le montrent Nerio *et al.* (2010) et Arantes *et al.* (2014). Toutefois, contrairement au 1,8-cinéole, le β-pinène agit davantage par perturbation de la chimioréception et inhibition de la détection des phéromones d'agrégation, ce qui peut réduire l'attraction des insectes vers le substrat alimentaire (Arantes *et al.*, 2014 ; Conti *et al.*, 2020). Des études plus récentes de Fang *et al.* (2020) et Adão *et al.* (2024) ont montré que le β-pinène exerce une répulsion significative contre *S. zeamais* et *T. castaneum*, mais uniquement à des concentrations élevées, suggérant une efficacité intrinsèque plus faible que celle des monoterpènes oxygénés. D'autres travaux ont également confirmé le fort potentiel répulsif des huiles essentielles végétales à l'encontre des ravageurs des denrées stockées. Ainsi, Abdel-Sattar *et al.* (2010) ont montré que les HEs extraites des fruits et des feuilles de *Schinus molle* présentaient une activité répulsive marquée contre *T. granarium* et *T. castaneum*. L'analyse chimique par GC-MS a révélé une prédominance des monoterpènes, représentant respectivement 80,43 % et 74,84 % de la composition totale des huiles de fruits et de feuilles, avec le p-cymène comme constituant majeur. À une concentration de 1000 µl/cm², les taux de répulsion atteignaient

75,02 % pour l'huile des feuilles et 71,89 % pour celle des fruits. Par ailleurs, [Negahban & Moharamipour \(2007\)](#) ont rapporté que l'huile d'*Artemisia sieberi*, appliquée à une concentration de 1,5 ppm, exerçait une activité répulsive plus prononcée contre *T. castaneum* par rapport à *S. oryzae* et *Callosobruchus maculatus*, avec des taux de répulsion respectifs de 65,90 %, 59,70 % et 55,80 %. Des résultats antérieurs obtenus par les mêmes auteurs ont également mis en évidence une activité répulsive notable de cette huile essentielle à l'égard de ces trois espèces, confirmant la sensibilité variable des insectes cibles aux composés volatils d'origine végétale. Ces études ont montré que l'efficacité répulsive des HEs dépend étroitement de leur composition chimique, dominée par les monoterpènes, ainsi que de l'espèce d'insecte considérée, ce qui concorde avec les observations rapportées dans la présente étude.

L'ensemble de ces résultats corrobore l'idée que l'efficacité répulsive dépend non seulement de la composition chimique intrinsèque, mais aussi de la capacité de la formulation à optimiser la disponibilité et la persistance des substances actives dans l'environnement des ravageurs ([Pavela & Benelli, 2019](#)). En effet, des microémulsions huile-dans-eau (H/E) à base d'HEs ont été développées par plusieurs équipes de recherche et ont été étudiées en tant qu'insecticides ou répulsifs contre divers arthropodes. Ainsi, [Navayan et al. \(2017\)](#) ont rapporté la mise au point d'un répulsif sûr et à effet prolongé reposant sur une microémulsion d'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus*. En outre, la nanoencapsulation a montré une activité répulsive supérieure à celle des huiles essentielles brutes, comme observé avec l'huile d'*Artemisia*, dont la forme nanoencapsulée a induit une répulsion de 80 % contre 62 % pour l'huile pure à 1,9 ppm chez *P. xylostella* ([Negahban et al., 2014](#)). Dans une autre étude, [Pavela et al. \(2019\)](#) ont élaboré des microémulsions contenant des HEs de *Pimpinella anisum*, *Trachyspermum ammi* et *Crithmum maritimum*, et en ont évalué la toxicité aiguë et chronique à l'égard des moustiques. De même, des microémulsions H/E à base d'HE d'*Ocimum basilicum* ont été développées comme répulsifs contre les moustiques ([Lucia et al., 2020](#)).

4.6. Effet du traitement sur la composition biochimique

De nombreuses études ont démontré le potentiel insecticide des extraits végétaux, en mettant en évidence leurs effets marqués sur les fonctions physiologiques et biochimiques des insectes cibles ([Ayvaz et al., 2009](#); [Renuga & Sahayaraj, 2009](#); [El-Akhal et al., 2015](#)). Dans ce contexte, l'analyse des réponses biochimiques induites par les insecticides d'origine botanique constitue une approche pertinente pour élucider leurs mécanismes d'action et

évaluer leur niveau de toxicité (Sak *et al.*, 2006). Après exposition, les insecticides botaniques, en particulier les HEs et leurs constituants, pénètrent rapidement dans l'organisme de l'insecte et agissent au niveau cellulaire en interférant avec des enzymes et des protéines clés, perturbant ainsi le fonctionnement normal des voies métaboliques (Haubruge & Amichot, 1998). Ces interactions provoquent des déséquilibres biochimiques mesurables, se traduisant par des variations significatives des principaux métabolites corporels, notamment les protéines, les glucides et les lipides (Gnanamani & Dhanasekaran, 2017 ; Guettal *et al.*, 2020b ; Sayada *et al.*, 2021 ; Merzougui *et al.*, 2024).

Chez les insectes, les protéines, les glucides et les lipides jouent un rôle central dans la construction corporelle, le maintien de l'homéostasie et la production d'énergie. Toute modification de leur teneur reflète ainsi une perturbation du métabolisme énergétique et des fonctions physiologiques essentielles. Il a été établi que les huiles essentielles peuvent affecter simultanément plusieurs fonctions métaboliques, biochimiques, physiologiques et comportementales, compromettant la survie et la performance biologique des insectes (Mann & Kaufman, 2012). L'utilisation relative des protéines, des lipides et des glucides comme sources énergétiques peut être fortement modifiée par des facteurs de stress externes tels que les insecticides, qui influencent les voies métaboliques et les stratégies énergétiques mises en œuvre par l'insecte pour faire face au stress toxique (Gong *et al.*, 2023).

4.6.1. Effet sur les protéines

Les protéines représentent des composants biochimiques essentiels pour les insectes, jouant un rôle central dans le développement, la croissance, l'accomplissement des fonctions vitales, ainsi que dans la structure cellulaire et le métabolisme énergétique (Desoky *et al.*, 2020 ; Saad *et al.*, 2021). Leur importance se manifeste durant les différentes phases de la vie des insectes, où elles interviennent dans la régulation hormonale, le catabolisme enzymatique et l'architecture cellulaire (Preet & Sneha, 2011).

Les altérations observées après traitement par les huiles essentielles reflètent non seulement une perturbation du métabolisme protéique, mais aussi une réponse adaptative permettant à l'insecte de détoxifier les composés actifs et de maintenir son homéostasie énergétique (Gnanamani & Dhanasekaran, 2017).

Les variations du contenu protéique observées dans la présente étude confirment que la réponse biochimique des insectes aux insecticides botaniques dépend étroitement de l'espèce cible ainsi que de la nature du traitement appliqué. Chez *S. granarius*, l'augmentation significative de la teneur en protéines enregistrée pour l'ensemble des traitements s'accorde

avec plusieurs travaux réalisés sur *R. dominica* traitée à l'azadirachtine (Tine *et al.*, 2017), à l'HE d'*Eucalyptus globulus* (Tine *et al.*, 2021a) et à l'HE d'*Artemisia herba-alba* (Aref & Valizadegan, 2015). Cette augmentation est généralement interprétée comme une réponse adaptative, traduisant une stimulation de la synthèse de protéines impliquées dans les mécanismes de défense, de réparation cellulaire et de détoxification (Aribi & Lakbar, 2001). Par ailleurs, l'azadirachtine et plusieurs composés botaniques peuvent interférer avec les voies de synthèse de l'ARN et des protéines, notamment par l'inhibition d'enzymes digestives et métaboliques clés, ce qui explique la variabilité des réponses protéiques selon les espèces et les modalités de traitement (Ahmed *et al.*, 2020).

En revanche, chez *R. dominica*, les réponses biochimiques observées au niveau du contenu protéique ont révélé une perturbation différenciée selon le type de traitement appliqué. Les traitements individuels par l'eucalyptol et le β -pinène ont entraîné une diminution du contenu protéique, suggérant une altération du métabolisme protéique, probablement liée à une inhibition de la synthèse des protéines ou à une mobilisation accrue de celles-ci afin de couvrir les besoins énergétiques induits par le stress toxique. À l'inverse, l'application combinée de ces deux molécules a conduit à une augmentation significative du contenu protéique, traduisant une réponse physiologique distincte. Cette élévation pourrait être associée à une induction de protéines de stress ou de détoxification, telles que les enzymes impliquées dans les mécanismes de défense, ou encore à une perturbation des voies métaboliques régulant l'équilibre protéique. Ces résultats suggèrent que l'association des molécules modifie leur mode d'action individuel, générant une réponse métabolique spécifique chez *R. dominica*, possiblement liée à des interactions agonistes ou à une compétition pour des sites d'action similaires.

Ceci est confirmé par de nombreuses études rapportant une réduction des protéines totales chez les insectes exposés à des extraits végétaux ou à des huiles essentielles (Roya & Jalal, 2013). En effet, Guettal (2021) a montré que le traitement des adultes de *S. granarius* par l'HE de *Citrus limonum*, l'azadirachtine et leur combinaison, appliquées par fumigation et par ingestion, entraînait une réduction significative du contenu en protéines. Ces résultats concordent avec les observations d'Ali *et al.* (2017), qui ont mis en évidence une diminution de la teneur en protéines totales chez les larves de *Spodoptera littoralis* traitées par les extraits d'ail et de citron, ainsi que chez *Choristoneura rosaceana* exposée à l'azadirachtine (Huang *et al.*, 2004). Des effets comparables ont également été rapportés chez les larves de *Plodia interpunctella* après traitement à l'HE d'*Artemisia khorassanica* (Borzoui *et al.*, 2016), chez *T. castaneum* soumis à la fumigation par *Agastache foeniculum* (Ebadollahi *et al.*, 2013) et

chez *T. castaneum* et *C. maculatus* traités par les extraits végétaux (Tarigan & Harahap, 2016).

Cette baisse de la teneur protéique peut résulter de plusieurs mécanismes complémentaires, notamment une dégradation accrue des protéines en acides aminés, lesquels sont ensuite mobilisés et intégrés dans le cycle de l'acide citrique (TCA) afin de répondre aux besoins énergétiques de l'insecte soumis au stress toxique (Nath *et al.*, 1997). Elle peut également traduire une adaptation physiologique visant à faire face aux effets délétères des composés actifs, par une réorientation du métabolisme vers la production d'énergie au détriment des réserves protéiques (Ribeiro *et al.*, 2001 ; Vijayaraghavan *et al.*, 2010). De ce fait, la mobilisation des protéines et des acides aminés, naturellement abondants chez les insectes, joue un rôle clé dans le maintien du métabolisme énergétique et des fonctions vitales en conditions de stress (Gnanamani & Dhanasekaran, 2017).

4.6.2. Effet sur les glucides

Les glucides constituent l'un des groupes de biomolécules les plus importants chez les insectes, en raison de leur double fonction énergétique et structurale. Certains glucides assurent un rôle structural essentiel, comme la chitine ou l'acide hyaluronique, tandis que d'autres représentent une source majeure d'énergie, soit immédiatement mobilisable sous forme de tréhalose circulant, soit stockée sous forme de glycogène dans le corps adipeux (Nation, 2008). Le tréhalose, principal glucide de l'hémolymph, joue un rôle central dans le métabolisme énergétique et le cycle de développement des insectes, en libérant du glucose sous l'action de la tréhalase pour répondre aux besoins physiologiques liés au vol, à la mue et à la reproduction (Kaufmann & Brown, 2008).

Les résultats obtenus dans la présente étude montrent une diminution significative du contenu en glucides chez les adultes de *R. dominica* et *S. granarius* après traitement, ce qui suggère une perturbation marquée du métabolisme énergétique induite par les composés testés.

Ces observations concordent avec plusieurs travaux antérieurs ayant rapporté une réduction des réserves glucidiques chez *S. granarius* traité par l'huile de *Citrus limonum* (Guettal, 2021), chez *R. dominica* exposé à l'azadirachtine (Tine *et al.*, 2017), à l'HE d'*Eucalyptus globulus* (Tine *et al.*, 2021a) à l'HE d'*Artemisia herba-alba* (Aref & Valizadegan, 2015) et à l'HE de *S. molle* (Abes *et al.*, 2024). Cette diminution a également été rapportée chez *T. granarium* après exposition aux huiles des feuilles et des cônes de *Cupressus sempervirens* (Merzougui *et al.*, 2024). De plus, les travaux de Borzoui *et al.* (2016) ont révélé une

diminution significative de ce contenu chez *Plodia interpunctella* après traitement avec *Artemisia khorassabica* et *Vitex pseudo-negundo*.

La déplétion des glucides observée chez *R. dominica* et *S. granarius* peut être attribuée aux conditions de stress physiologique imposées par les traitements appliqués, qui augmentent les besoins énergétiques des insectes afin de maintenir leurs fonctions vitales. Cette demande accrue en énergie est souvent régulée par l'action de neuropeptides hyperglycémisants, entraînant une mobilisation rapide du tréhalose circulant (Gäde, 2004 ; Mojarab-Mahboubkar *et al.*, 2015). Par ailleurs, l'exposition aux toxines peut induire une accélération de la glycogénolyse au niveau du corps adipeux, associée au transfert du glycogène vers l'hémolymph, afin de compenser l'épuisement énergétique provoqué par le stress toxique (Zibae, 2011).

4.6.3. Effet sur les lipides

Les lipides constituent les composants biochimiques majeurs chez les insectes, comprenant principalement les acides gras, les phospholipides et les stérols, et assurant des fonctions essentielles tant sur le plan structural que métabolique (Chapman, 1998). Ils participent à l'architecture des membranes cellulaires, à la synthèse des hormones, notamment l'hormone juvénile, ainsi qu'aux processus de métamorphose, de reproduction, d'embryogenèse et de vitellogenèse, durant laquelle des quantités importantes de lipides sont déposées dans les œufs (Caroci *et al.*, 2004). Sur le plan énergétique, les lipides représentent la principale source d'énergie chez les insectes, mobilisée après les glucides et particulièrement sollicitée lors des périodes prolongées de jeûne ou de stress chronique (Arrese & Soulages, 2010).

Les résultats de la présente étude mettent en évidence une diminution significative des réserves lipidiques chez *R. dominica* et *S. granarius* suite aux traitements appliqués, aussi bien avec les molécules utilisées individuellement qu'avec leurs combinaisons, traduisant une perturbation marquée du métabolisme lipidique. Des réponses similaires ont été rapportées chez *S. granarius* traité par l'huile essentielle de citron et l'azadirachtine (Guettal, 2021), ainsi que chez *R. dominica* exposé à l'HE de *S. molle* (Abes *et al.*, 2024) et l'HE de *L. angustifolia* (Sayada *et al.*, 2022). Une diminution dose-dépendante du contenu lipidique a également été observée chez les larves de *T. granarium* traitées par l'HE de *C. sempervirens* (Merzougui *et al.*, 2024). En revanche, certaines études ont rapporté une augmentation du contenu lipidique chez *T. confusum* après traitement par l'huile d'*E. globulus* et l'eucalyptol, soulignant que la réponse métabolique dépend étroitement de l'espèce cible et de la nature du

composé utilisé (Tine *et al.*, 2023). Des résultats concordants ont également été observés chez *R. dominica* après exposition au menthol (Tine-Djebbar *et al.*, 2023).

La diminution des lipides observée dans notre étude peut être attribuée au stress physiologique induit par l'exposition aux traitements appliqués, qui entraîne une perturbation du métabolisme lipidique. Ce stress se traduit notamment par une altération de la synthèse des lipides, un dysfonctionnement hormonal affectant leur régulation, ainsi qu'une mobilisation accrue de ces réserves énergétiques pour couvrir les besoins métaboliques et assurer la survie de l'insecte (Klowden, 2013). En outre, les lipides peuvent être mobilisés pour la formation de lipoprotéines, la réparation des dommages cellulaires et l'activation de la lipolyse afin de fournir rapidement de l'énergie en situation de stress toxique (Sak *et al.*, 2006).

4.7. Effet du traitement sur les biomarqueurs physiologiques

Les biomarqueurs sont largement utilisés en écotoxicologie comme indicateurs précoces de l'exposition des organismes vivants aux contaminants environnementaux. Ils correspondent à des modifications mesurables aux niveaux moléculaire, biochimique, cellulaire, physiologique ou comportemental, traduisant une exposition actuelle ou passée à des xénobiotiques (Depledge, 2020). Une évaluation fiable des effets écotoxicologiques repose généralement sur une approche multifactorielle combinant plusieurs biomarqueurs, en particulier enzymatiques, afin de mieux appréhender les mécanismes de toxicité induits.

Parmi les biomarqueurs biochimiques les plus couramment utilisés figurent les enzymes impliquées dans le métabolisme énergétique et les processus de détoxification cellulaire. Chez les insectes, des enzymes telles que la phosphatase alcaline (PAL), l'alanine aminotransférase (ALAT/GPT) et l'aspartate aminotransférase (ASAT/GOT) sont fréquemment utilisées comme indicateurs sensibles du stress environnemental (Pratt & Kaplan, 2000 ; Barata *et al.*, 2007 ; Heylen *et al.*, 2011).

La phosphatase alcaline est une enzyme hydrolytique impliquée dans la déphosphorylation de nombreux substrats biologiques, notamment les nucléotides, les protéines et certains alcaloïdes. Elle joue un rôle essentiel dans les processus de digestion, de transport membranaire et de métabolisme cellulaire, et toute variation de son activité est généralement associée à des perturbations métaboliques ou à des dommages tissulaires, ce qui justifie son utilisation comme biomarqueur de stress physiologique (Zibae *et al.*, 2011).

Les enzymes ALAT et ASAT sont des enzymes clés de la transamination, un processus fondamental chez les insectes, intervenant à la fois dans la synthèse des acides aminés et des

protéines et dans le métabolisme énergétique via l'intégration des acides aminés dans le cycle de Krebs (Chapman *et al.*, 2013 ; Hakkak *et al.*, 2018). Synthétisées principalement dans le cytoplasme et les mitochondries, ces enzymes ne sont libérées dans l'hémolymphe qu'en cas de dommages cellulaires ou d'altération de la perméabilité membranaire, ce qui en fait des biomarqueurs fiables de cytotoxicité (Pradel & Albert, 2021).

Dans la présente étude, les traitements ont induit une augmentation significative de l'activité de la PAL, de l'ASAT (TGO) et de l'ALAT (TGP), traduisant une perturbation marquée du métabolisme cellulaire et énergétique chez les insectes exposés (*R. dominica* et *S. granarius*). Des résultats similaires ont été rapportés chez *S. granarius* traité par les HEs du basilic et du girofle, avec une augmentation notable de l'activité des aminotransférases, interprétée comme une réponse adaptative au stress toxique (Makarem *et al.*, 2015). Ces observations concordent avec de nombreux travaux antérieurs ayant montré une élévation de l'activité de l'ALAT et de l'ASAT chez *Galleria mellonella* traitée par le méthyle parathion (Ender *et al.*, 2005), chez *Eurygaster integriceps* traité par le pyriproxifène (Zibae *et al.*, 2011), chez *R. dominica* traitée par le menthol (Tine-Djebbar *et al.*, 2023) et chez *T. confusum* traité par l'huile d'*E. globulus* et l'eucalyptol (Tine *et al.*, 2023).

L'augmentation de l'activité des transaminases observée dans ces conditions pourrait traduire une mobilisation accrue des acides aminés afin de répondre aux besoins énergétiques élevés induits par le stress toxique, ainsi qu'une intensification des mécanismes de détoxification. Elle pourrait également résulter de dommages cellulaires favorisant la libération de ces enzymes dans l'hémolymphe, révélant une altération de l'intégrité membranaire (Hernández *et al.*, 2013b).

Toutefois, les réponses enzymatiques ne sont pas systématiquement homogènes et peuvent varier en fonction de l'espèce et de la nature du composé testé. En effet, certaines études ont rapporté une diminution de l'activité des aminotransférases, comme chez *Pieris rapae* après traitement par *Artemisia annua* et *Achillea millefolium* (Hasheminia *et al.*, 2011), ou chez *Helicoverpa armigera* exposée au β -sitostérol, où l'inhibition enzymatique était dose-dépendante (Mishra *et al.*, 2024). Ces diminutions ont été attribuées à une perturbation du cycle de Krebs, à une insuffisance énergétique ou à une mobilisation excessive des acides aminés pour la réparation des tissus endommagés (Khater & El-Shafiey, 2015).

Par ailleurs, les phosphatases acides et alcalines sont des enzymes hydrolytiques essentielles impliquées dans la déphosphorylation de divers substrats biologiques, tels que les nucléotides, les protéines et les alcaloïdes, respectivement en conditions acides et alcalines (Nation, 2016). Après traitement par l'huile essentielle de thym, ainsi que par le thymol et le carvacrol, une

augmentation de l'activité des phosphatases acides associée à une diminution de l'activité des phosphatases alcalines ont été rapportées chez *G. pyloalis* (Goharrostami *et al.*, 2022) et chez *E. kuehniella* exposée à l'huile de *Teucrium polium* et son constituant, α -pinène (Shahriari *et al.*, 2019). Ces enzymes constituent des indicateurs fiables de l'efficacité des processus de digestion, d'absorption des nutriments et de leur transfert vers le corps adipeux. La réduction de l'activité de ce groupe enzymatique peut ainsi refléter une altération des fonctions digestives et un ralentissement du métabolisme, en relation avec une diminution de la libération des groupes phosphates nécessaires à la production d'énergie (Selin-Rani *et al.*, 2016).

Dans l'ensemble, les variations observées de l'activité de la PAL, de l'ALAT et de l'ASAT dans la présente étude peuvent être interprétées comme des réponses biochimiques adaptatives au stress toxique induit par les composés bioactifs testés. Ces perturbations enzymatiques probablement due à une altération des voies métaboliques clés impliquées dans la production d'énergie, la synthèse protéique et le maintien de l'homéostasie cellulaire, contribuant ainsi à l'affaiblissement physiologique des insectes et aux effets toxiques observés.

4.8. Effet du traitement sur les biomarqueurs enzymatiques

4.8.1. Effet sur les estérases

Les estérases, également appelées hydrolases, participent à la détoxification des xénobiotiques environnants et bloquent leur pénétration dans le site cible (Nattudurai *et al.*, 2017). Les divers effets des insecticides botaniques sur l'activité estérasique s'expliquent par la sensibilité des espèces, les concentrations appliquées et le mode d'action des huiles essentielles, ainsi que la durée d'exposition (Liao *et al.*, 2017).

Dans la présente étude, l'exposition des adultes de *R. dominica* et *S. granarius* aux molécules bioactives administrées individuellement ou en combinaison (Eucalyptol, β -pinène) entraîne une augmentation de l'activité estérasique chez *R. dominica*. Cette réponse enzymatique probablement due à une activation adaptative des systèmes de détoxification, permettant à l'insecte de faire face à une charge toxique plus complexe. Selon Hemingway (2000) et Wu *et al.* (2011), l'induction des estérases peut refléter la capacité de l'insecte à hydrolyser ou à séquestrer les composés toxiques afin de limiter leurs effets délétères. Donc, ces résultats pourront indiquer que chez *R. dominica*, l'association des molécules n'entraîne pas une inhibition directe des estérases, mais stimule au contraire une réponse métabolique compensatoire.

L'application des composés organiques volatils (limonène, menthol et linalol) ont induit une augmentation de l'activité de l' α -estérase par rapport aux témoins chez *T. granarium* (Soltani *et al.*, 2025). Cette augmentation est interprétée par l'apparition d'une résistance suite à l'activation du système de défense contre la substance chimique (Ahmed & Freed, 2021). Les mêmes observations ont été rapportées chez *R. dominica* exposé à l'HE de *Thymus* (Ebadollahi *et al.*, 2022), chez *Ephestia kuehniella* exposé à l'HE de *Carum copticum* et au thymol (Shahriari *et al.*, 2017), chez *Pseudococcus viburni* exposé à l'HE d'*Allium sativum* (Ramzi *et al.*, 2022) et chez *Glyphodes pyloalis* traité au *Withania somnifera* (Afraze *et al.*, 2020).

Cependant, plusieurs huiles essentielles ont induit un effet inhibiteur sur les enzymes de détoxification chez *Plutella xylostella* exposée à l'*Allium tuberosum* (Gao *et al.*, 2019), chez *Helicoverpa armigera* traitée par l'huile essentielle de *Melaleuca alternifolia* (Liao *et al.*, 2017), chez *Callosobruchus chinensis* traitée par *Artemisia maritima* (Chauhan *et al.*, 2022) et chez *Agrotis ipsilon* traitée par *Cymbopogon citratus* (Moustafa *et al.*, 2021).

4.8.2. Effet sur l'acétylcholinestérase

L'acétylcholine (ACh) est l'un des principaux neurotransmetteurs assurant la transmission de l'influx nerveux au niveau des synapses du système nerveux et des jonctions neuromusculaires chez les insectes (Lopez & Pascual-Villalobos, 2010). Le signal nerveux dépend de l'action de l'acétylcholinestérase (AChE), une enzyme clé localisée dans la fente synaptique, qui catalyse l'hydrolyse rapide de l'acétylcholine en choline et acétate, permettant ainsi la repolarisation de la membrane post-synaptique et la transmission d'un nouvel influx nerveux (Fields & Burnstock, 2006). Le bon fonctionnement des synapses cholinergiques repose donc étroitement sur l'activité de cette enzyme (Haubruge & Amichote, 1998).

Toute inhibition de l'AChE entraîne une accumulation excessive de l'acétylcholine dans la fente synaptique, provoquant une stimulation prolongée des récepteurs postsynaptiques et une excitation continue du système nerveux. Cette hyperstimulation se traduit par des manifestations neurotoxiques sévères, telles qu'une agitation intense, une hyperexcitabilité, des tremblements, des convulsions, une paralysie progressive, pouvant conduire à la mort de l'insecte (Rajashekar *et al.*, 2014).

Dans la présente étude, l'analyse de l'activité de l'acétylcholinestérase (AChE) chez les adultes de *R. dominica* et de *S. granarius* traités par les molécules bioactives, notamment l'eucalyptol, le β -pinène et leur combinaison, a mis en évidence une diminution significative

de l'activité de cette enzyme chez les deux espèces. Cette inhibition traduit une perturbation du fonctionnement du système nerveux, suggérant un effet neurotoxique marqué de ces composés.

De nombreuses études ont mis en évidence la capacité des huiles essentielles et de leurs constituants à inhiber l'activité de l'acétylcholinestérase chez divers insectes ravageurs. Cette inhibition a notamment été démontrée chez plusieurs espèces de ravageurs après exposition à différentes huiles essentielles, confirmant leur mode d'action neurotoxique (Guettal, 2021, Sayada *et al.*, 2021 ; Merzougui, 2024 ; Abes *et al.*, 2025). De même, Chaubey (2011, 2017) a rapporté une diminution significative de l'activité de l'AChE chez *Sitophilus zeamais* et *Sitophilus oryzae* exposés aux huiles essentielles de *Cuminum cyminum* et *Piper nigrum*.

Par ailleurs, il est largement admis que les monoterpénoïdes présents dans les huiles essentielles jouent un rôle central dans la toxicité de ces extraits végétaux en agissant comme inhibiteurs de l'AChE (Lopez & Pascual-Villalobos, 2010). À cet égard, Picollo *et al.* (2008) ont démontré que le 1,8-cinéole constitue un inhibiteur puissant de l'acétylcholinestérase. Dans l'ensemble, la diminution significative de l'activité de l'acétylcholinestérase observée dans cette étude, en accord avec les données de la littérature, confirme que l'inhibition de cette enzyme constitue l'un des principaux mécanismes d'action neurotoxique des huiles essentielles et de leurs composés bioactifs chez les insectes ravageurs des denrées stockées.

De nombreuses études ont évalué le potentiel des huiles essentielles (HEs) en tant qu'inhibiteurs de l'AChE (AChEI). Czerniewicz *et al.* (2018) ont notamment rapporté une diminution significative de l'activité de l'AChE in vitro après application d'huiles essentielles de *Santolina chamaecyparissus* et *Achillea millefolium*.

Par ailleurs, l'activité inhibitrice des composés individuels des huiles essentielles a également été largement documentée. Plusieurs monoterpènes présentent une forte affinité pour l'AChE, notamment l' α -pinène, le β -pinène, le limonène, le β -phellandrène, le fenchone, la S- et L-carvone, le linalool, le 2-carène, l'eugénol, la pulégone, le 1,8-cinéole et le 4-terpinéol. Ces composés semblent jouer un rôle majeur dans l'activité neurotoxique des HEs (Lopez *et al.*, 2010 ; Kim *et al.*, 2013 ; Seo *et al.*, 2014 ; Abdelgaleil *et al.*, 2019 ; Oyedeji *et al.*, 2020).

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

V. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette thèse avait pour objectif d'évaluer le potentiel insecticide et répulsif des huiles essentielles extraites des feuilles et des fruits d'*Eucalyptus globulus*, ainsi que de leurs composants bioactifs, sous forme pure et microémulsionnée, à l'encontre des principaux ravageurs des denrées stockées, *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius*, responsables de pertes post-récolte considérables. L'approche adoptée a consisté à associer l'évaluation de l'efficacité biologique à l'analyse des réponses physiologiques, biochimiques et neurotoxiques induites chez les insectes cibles.

L'analyse chimique des huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus* a révélé une composition dominée par les monoterpènes, avec l'identification de 30 composés dans l'huile des feuilles (98,1 %) et de 22 composés dans celle des fruits (99 %). Les hydrocarbures monoterpéniques et les époxydes monoterpéniques constituent les classes majoritaires, dominées principalement par le *p*-cymène et le 1,8-cinéole, ce dernier étant particulièrement abondant dans l'huile essentielle des fruits.

Les différentes formulations testées ont montré une activité insecticide et répulsive significative, avec une efficacité maximale pour les mélanges et les huiles essentielles pures. Les microémulsions, bien que légèrement moins toxiques, se distinguent par leur stabilité, leur homogénéité et leur biodisponibilité optimisée, renforçant leur intérêt pour une application durable. *Sitophilus granarius* est l'espèce la plus sensible aux traitements par rapport à *Rhyzopertha dominica*. L'efficacité répulsive des traitements appliqués augmente avec la concentration et la durée d'exposition. Les formulations combinées et microémulsionnées restent les plus performantes.

L'application des huiles essentielles et de leurs constituants a induit des altérations significatives du métabolisme chez les adultes de *Rhyzopertha dominica* et de *Sitophilus granarius*, caractérisées par une perturbation du contenu protéique et un épuisement marqué des réserves énergétiques. En outre, l'exposition à ces traitements a entraîné des modifications substantielles des biomarqueurs enzymatiques, se traduisant par une altération de l'activité de la phosphatase alcaline ainsi que les transaminases, notamment la glutamate-pyruvate transaminase (TGP) et la glutamate-oxaloacétate transaminase (TGO). Par ailleurs, l'évaluation d'un biomarqueur de neurotoxicité a mis en évidence une inhibition significative de l'activité spécifique de l'acétylcholinestérase (AChE), accompagnée d'une perturbation des estérases, enzymes clés impliquées dans les processus de détoxification et de régulation

métabolique chez les deux espèces étudiées.

Cette recherche pourrait être enrichie par les travaux suivants :

- Tester l'efficacité insecticide et répulsive des microémulsions sur d'autres ravageurs de céréales et à différents stades de développement (œufs, larves, adultes) pour une approche intégrée de lutte post-récolte.
- Évaluer l'impact des microémulsions sur les enzymes digestives et les biomarqueurs métaboliques afin de mieux comprendre les perturbations nutritionnelles et énergétiques chez les insectes.
- Examiner l'interaction des nanoformulations avec les organismes non ciblés et l'environnement pour garantir la sécurité alimentaire et écologique des applications agricoles.

RESUME

VI. RESUME

Les huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus*, extraites des feuilles et des fruits, ont été étudiées afin d'évaluer leurs activités insecticide et répulsive à l'encontre de *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus granarius*, deux ravageurs majeurs des denrées stockées. L'analyse chimique a mis en évidence une composition dominée par les monoterpènes, avec le 1,8-cinéole et le *p*-cymène comme constituants majoritaires.

Les huiles essentielles, leurs composants bioactifs et leurs formulations microémulsionnées ont présenté une efficacité insecticide et répulsive significative, dépendante de la concentration appliquée et du temps d'exposition. *S. granarius* est l'espèce la plus sensible aux traitements comparativement à *R. dominica*.

Les formulations microémulsionnées, bien que légèrement moins toxiques, se caractérisent par une meilleure stabilité physico-chimique et une biodisponibilité accrue. De plus, ces traitements ont induit des perturbations biochimiques notables, se traduisant par un épuisement des réserves énergétiques et une altération du métabolisme protéique chez les insectes traités.

En outre, l'analyse des biomarqueurs enzymatiques notamment le biomarqueur de neurotoxicité a révélé une inhibition significative de l'activité de l'acétylcholinestérase ainsi qu'une perturbation des estérases, indiquant un effet neurotoxique associé à l'activation des mécanismes de détoxification chez les deux espèces ciblées.

Par ailleurs, les traitements activent les biomarqueurs physiologiques via une augmentation de la TGO, TGP et la Phosphatase alcaline chez les adultes de *R. dominica* et *S. granarius*.

Mots-clés : *Eucalyptus globulus*, *Rhyzopertha dominica*, *Sitophilus granarius*, Toxicité, Répulsion, Monoterpènes, Neurotoxicité, Microemulsion, Biomarqueurs.

Abstract

The essential oils of *Eucalyptus globulus*, extracted from leaves and fruits, were investigated to evaluate their insecticidal and repellent activities against *Rhyzopertha dominica* and *Sitophilus granarius*, two major pests of stored products. Chemical analysis revealed a composition predominantly dominated by monoterpenes, with 1,8-cineole and *p*-cymene identified as the major constituents.

The essential oils, their bioactive components, and their microemulsified formulations exhibited significant insecticidal and repellent efficacy, depending on the applied concentration and exposure time. *S. granarius* is more susceptible species than *R. dominica*.

Although slightly less toxic, the microemulsion formulations were characterized by improved physicochemical stability and enhanced bioavailability. Furthermore, treatments induced marked biochemical disturbances, manifested by depletion of energy reserves and alteration of protein metabolism in treated insects.

In addition, the analysis of enzymatic and neurotoxicity biomarkers revealed a significant inhibition of acetylcholinesterase activity along with a disruption of esterases, indicating a neurotoxic effect associated with the activation of detoxification mechanisms in both target species.

Furthermore, the treatments activate physiological biomarkers via an increase in AST, ALT and alkaline phosphatase in *R. dominica* and *S. granarius* adults.

Keywords: *Eucalyptus globulus*, *Rhyzopertha dominica*, *Sitophilus granarius*, Toxicity, Repellency, Monoterpenes, Neurotoxicity, Microemulsion, Biomarkers.

ملخص

تمت دراسة الزيوت الأساسية لنبات *Eucalyptus globulus* المستخلصة من الأوراق والثمار. وأظهر التحليل الكيميائي أن تركيبها يغلب عليه المونوتربينات، حيث تم تحديد 1,8-cinéole و p-cymène كمكونين رئيسيين.

أظهرت الزيوت الأساسية، ومكوناتها الحيوية الفعالة، وصيغها الدقيقة المستحلبة (Microemulsion) فعالية حشرية وطاردة ملحوظة، وذلك اعتمادًا على التركيز المطبق ومدة التعرض. وقد تبين أن *Sitophilus granarius* أكثر حساسية مقارنةً بـ *Rhyzopertha dominica*

وعلى الرغم من أن الصيغ الميكروإيمولسيونية كانت أقل سمية نسبيًا، إلا أنها تميّزت بثبات فيزيائي-كيميائي محسّن وتوافر حيوي أعلى. علاوة على ذلك، أدّت المعالجات إلى اضطرابات كيميائية حيوية واضحة، تجلّت في استنزاف مخازن الطاقة وتغيّر أيض البروتينات لدى الحشرات المعالجة.

كما أظهر تحليل المؤشرات الحيوية الإنزيمية والعصبية حدوث تثبيط ملحوظ في نشاط إنزيم AChE، إلى جانب اضطراب في نشاط إنزيمات Esterases، مما يشير إلى تأثير عصبي سام مرتبط بتنشيط آليات إزالة السموم لدى كلا النوعين المستهدفين.

بالإضافة إلى ذلك، أدّت المعالجات إلى تنشيط المؤشرات الحيوية الفسيولوجية من خلال زيادة نشاط إنزيمات AST و ALT و PAL لدى الغات *R. dominica* و *S. granarius*

الكلمات المفتاحية: *Eucalyptus globulus*، *Rhyzopertha dominica*، *Sitophilus granarius*، السمية، التأثير الطارد، المونوتربينات، السمية العصبية، المستحلبات الدقيقة، المؤشرات الحيوية.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

VII. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A

Abbassy, M.A., Abdelgaleil, S.A.M., & Rabie, R.Y.A. (2009). Insecticidal and synergistic effects of *Majorana hortensis* essential oil and some of its major constituents. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 131, 225–232. <https://doi.org/10.1111/j.1570-7458.2009.00854>.

Abbott, W.S. (1925). A method of computing the effectiveness of an insecticide. *J. econ. Entomol*, 18(2), 265-267.

Abdelgaleil, S.A.M., Badawy, M.E.I., Mahmoud, N.F., & Marei, A.E.S.M. (2019). Acaricidal activity, biochemical effects and molecular docking of some monoterpenes against two-spotted spider mite (*Tetranychus urticae* Koch). *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 156, 105–115. <https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2019.02.006>.

Abd El-Salam, A.M.E., Salem, S.A.E., & Abdel-Rahman, R.S. (2019). Fumigant and toxic activity of some aromatic oils for protecting dry dates from *Oryzaephilus surinamensis* (L.) (Coleoptera: Silvanidae) in stores. *Bulletin of the National Research Centre*, 43(1), 63. <https://doi.org/10.1186/s42269-019-0101-2>.

Abdel-Sattar, E., Zaitoun, A.A., Farag, M.A., Gayed, S.H.E., & Harraz, F.M. (2010). Chemical composition, insecticidal and insect repellent activity of *Schinus molle* L. leaf and fruit essential oils against *Trogoderma granarium* and *Tribolium castaneum*. *Natural Product Research*, 24(3), 226–235. <https://doi.org/10.1080/14786410802346223>.

Abes, I.F.Z., Soltani, M., Torchane, N., Tine, S., Tine-Djebbar, F. & Soltani, N. (2024). Insecticidal, physiological, and biochemical effects of *Schinus molle* essential oil on the adults of *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae). *Journal of Essential Oil-Bearing Plants*. 27(4): 1157–1174. <https://doi.org/10.1080/0972060X.2024.2383203>

Abes, I.F.Z., Soltani, M., Ayad, A. S., Tine, S., Tine-Djebbar, F., & Soltani, N. (2025). Fumigant toxicity of *Eucalyptus globulus* essential oil and its constituents against *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae) and their repellent and acetylcholinesterase inhibitory activity. *Journal of Stored Products Research*, 114, 102789. ISSN 0022-474X,

<https://doi.org/10.1016/j.jspr.2025.102789>.

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, 710–714. <https://doi.org/10.1080/14786419.2015.1038999>.

Adams, R.P., & Sparkman, O.D. (2007). Review of identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry. *J. Am. Soc. Mass Spectrom*, 18(4), 803-806.

Adão, I.S., Garcia, A.R., Sette, K.M., Adade, C.M., de Andrade Silva, J.R., Amaral, A. C.F., Pinheiro, A.S., & Rodrigues, I.A. (2024). Enantioselectivity of pinene against *Leishmania amazonensis*. *Medicinal Chemistry Research*, 33(1), 127–135. <https://doi.org/10.1007/s00044-023-03162-3>.

Adorjan, B., & Buchbauer, G. (2010). Biological properties of essential oils: An updated review. *Flavour and Fragrance Journal*, 25(6), 407–426. <https://doi.org/10.1002/ffj.2024>.

Afraze, Z., Sendi, J.J., Karimi-Malati, A., & Zibae, A. (2020). Methanolic extract of winter cherry causes morpho-histological and immunological ailments in mulberry *pyralid* *Glyphodes pyloalis*. *Frontiers in Physiology*, 11, 908. <https://doi.org/10.3389/fphys.2020.00908>.

Afshar, F.H., Maggi, F., Iannarelli, R., Cianfaglione, K., & Isman, M.B. (2017). Comparative toxicity of *Helosciadium nodiflorum* essential oils and combinations of their main constituents against the cabbage looper, *Trichoplusia ni* (Lepidoptera). *Industrial Crops and Products*, 98, 46–52. ISSN 0926-6690. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.01.004>.

Aggarwal, K.K., Tripathi, A.K., Prajapati, V., & Kumar, S. (2001). Toxicity of 1, 8-cineole towards three species of stored product coleopterans. *International Journal of Tropical Insect Science*, 21(2), pp.155-160. <https://doi.org/10.1017/S1742758400020208>.

Ahmed, R., & Freed, S. (2021). Virulence of *Beauveria bassiana* Balsamo to red palm weevil, *Rhynchophorus ferrugineus* (Olivier) (Coleoptera: Curculionidae). *Egyptian Journal of Biological Pest Control*, 31(1), 77. <https://doi.org/10.1186/s41938-021-00422-5>.

- Ahmed, I., Qaisrani, S.N., Azam, F., Pasha, T.N., Bibi, F., Naveed, S., & Murtaza, S. (2020).** Interactive effects of threonine levels and protein source on growth performance and carcass traits, gut morphology, ileal digestibility of protein and amino acids, and immunity in broilers. *Poultry Science*, 99(1), 280–289. ISSN 0032-5791. <https://doi.org/10.3382/ps/pez488>.
- Ajayi, O.E., Appel, G.A., & Fadamiro, H.Y. (2014).** Fumigation toxicity of essential oil monoterpenes to *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae). *Journal of Insect Science*. <https://doi.org/10.1155/2014/917212>.
- Akolade, J.O., Olajide, O.O., Afolayan, M.O., Akande, S.A., Idowu, D.I., & Orishadipe, A.T. (2012).** Chemical composition, antioxidant and cytotoxic effects of *Eucalyptus globulus* grown in north-central Nigeria. *Journal of Natural Products and Plant Resources*, 2(1), 1–8. ISSN: 2231 – 3184.
- Ali, M.P., Bari, M.N., Ahmed, N., Kabir, M.M.M., Afrin, S., Zaman, M.A.U., Haque, S. S., & Willers, J.L. (2017).** Rice production without insecticide in smallholder farmer's field. *Frontiers in Environmental Science*, 5, 16. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2017.00016>.
- Almas, I., Innocent, E., Machumi, F., & Kisinza, W. (2021).** Chemical composition of essential oils from *Eucalyptus globulus* and *Eucalyptus maculata* grown in Tanzania. *Scientific African*, 12, e00758. ISSN 2468-2276. <https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2021.e00758>.
- Ammar, M. (2014).** Organisation de la chaîne logistique dans la filière céréales en Algérie: État des lieux et perspectives. Thèse de Master of Science, IAM, CIHEAM, France.
- Andrew, R.L., Keszei, A., & Foley, W.J. (2013).** Intensive sampling identifies previously unknown chemotypes, population divergence and biosynthetic connections among terpenoids in *Eucalyptus tricarpa*. *Phytochemistry*, 94, 148–158. ISSN 0031-9422. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2013.05.002>.
- Angelico, R. (2022).** Special Issue “Micro/Nano Emulsions: Smart Colloids for Multiple Applications”. *Nanomaterials*, 12(21), 3734. <https://doi.org/10.3390/nano12213734>.
- Angioni, A., Barra, A., Coroneo, V., Dessi, S., & Cabras, P. (2006).** Chemical composition, seasonal variability, and antifungal activity of *Lavandula stoechas* L. ssp.

stoechas essential oils from stem/leaves and flowers. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54(12), 4364–4370. <https://doi.org/10.1021/jf0603329>.

Anjali, C.H., Khan, S.S., Margulis-Goshen, K., Magdassi, S., Mukherjee, A., & Chandrasekaran, N. (2010). Formulation of water-dispersible nanopermethrin for larvicidal applications. Ecotoxicology and Environmental Safety, 73, 1932–1936. ISSN 0147-6513, <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2010.08.039>.

Aoues, K., Boutoumi, H., & Benriam, A. (2017). État phytosanitaire du blé dur local stocké en Algérie. Revue Agrobiologia, 7(1), 286–296.

Aparicio, S., Alcalde, R., Dávila, M.J., García, B., & Leal, J.M. (2007). Properties of 1, 8-cineole: a thermophysical and theoretical study. The Journal of Physical Chemistry B, 111(12), 3167-3177. <https://doi.org/10.1021/jp067405b>.

Arantes, A.C.S., Ribeiro, J.C.S., Soares, D.S., Reis, A.C., Cardoso, M.D.G., & Remedio, R.N. (2024). Alpha- and beta-pinene isomers act differently to control *Rhipicephalus microplus* (Acari: Ixodidae). Parasitology Research, 123(3), 164. <https://doi.org/10.1007/s00436-024-08187-0>.

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., Lakbar, S., Smagghe, G., & Soltani, N. (2001). Comparative action of RH-0345 and pyriproxyfen on molting hormone production and protein analysis in mealworm pupae. Meded Rijksuniv Gent Fak Landbouwkd Toegep Biol Wet, 66(2a), 445-54.

Arokiyaraj, C., Bhattacharyya, K., & Reddy, S.G.E. (2022). Toxicity and synergistic activity of compounds from essential oils and their effect on detoxification enzymes against *Planococcus lilacinus*. Frontiers in Plant Science, 13, 1016737. <https://doi.org/10.3389/fpls.2022.1016737>.

Arrese, E.L., & Soulages, J.L. (2010). Insect fat body: energy, metabolism, and regulation. Annual Review of Entomology, 55(1), 207–225. <https://doi.org/10.1146/annurev-ento-112408-085356>.

Assadpour, E., Can Karaça, A., Fasamanesh, M., Mahdavi, S. A., Shariat-Alavi, M., Feng, J., Kharazmi, M.S., Rehman, A., & Jafari, S.M. (2024). Application of essential oils as natural biopesticides: recent advances. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 64(19), 6477–6497. <https://doi.org/10.1080/10408398.2023.2170317>.

Atmani-Merabet, G., Belkhiri, A., Dems, M.A., Lalaouna, A., Khalfaoui, Z., & Mosbah, B. (2018). Chemical composition, toxicity, and acaricidal activity of *Eucalyptus globulus* essential oil from Algeria. *Current Issues in Pharmacy and Medical Sciences*, 31(2), 89–93.

Atmani-Merabet, G., Fellah, S., & Belkhiri, A. (2020). Comparative study of two *Eucalyptus* species from Algeria: Chemical composition, toxicity and acaricidal effect on *Varroa destructor*. *Current Issues in Pharmacy and Medical Sciences*, 33(3), 144-148.

Attia, S., Grissa, K.L., Lognay, G., Bitume, E., Hance, T., & Mailleux, A.C. (2013). A review of the major biological approaches to control the worldwide pest *Tetranychus urticae* (Acari: Tetranychidae) with special reference to natural pesticides. *Journal of Pest Science*, 86, 361–386.

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.

Azizi, R., & Jalali Sendi, J. (2024). Responses of continuous cadmium exposure on some biological and physiological performance of cotton bollworm *Helicoverpa armigera*. *Physiological Entomology*, 49(2), 118–135.



Bagheri, H., Manap, M.Y.B.A., & Solati, Z. (2014). Antioxidant activity of *Piper nigrum* L. essential oil extracted by supercritical CO₂ extraction and hydro-distillation. *Talanta*, 121, 220–228. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2014.01.007>.

Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., & Idaomar, M. (2008). Biological effects of essential oils – a review. *Food and Chemical Toxicology*, 46(2), 446–475. ISSN 0278-6915, <https://doi.org/10.1016/j.fct.2007.09.106>.

- Barata, C., Damasio, J., López, M.A., Kuster, M., De Alda, M.L., Barceló, D., & Raldúa, D. (2007).** Combined use of biomarkers and in situ bioassays in *Daphnia magna* to monitor environmental hazards of pesticides in the field. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 26(2), 370-379. <https://doi.org/10.1897/06-209R.1>.
- Barra, A. (2009).** Factors affecting chemical variability of essential oils: a review of recent developments. *Natural Product Communications*, 4(8), 1147–1154. <https://doi.org/10.1177/1934578X0900400827>.
- Barra, A., Coroneo, V., Dessi, S., Cabras, P., & Angioni, A. (2010).** Chemical variability, antifungal and antioxidant activity of *Eucalyptus camaldulensis* essential oil from Sardinia. *Natural Product Communications*, 5, 329–335. <https://doi.org/10.1177/1934578X1000500232>.
- Baser, K.H. (2010).** *Handbook of Essential Oils: Science, Technology and Applications*. University of Wien, Austria. ISBN 978-1-4200-6315-8.
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.foreco.2008.08.008>.
- Batista-Pereira, L.G., Fernandes, J.B., & Vieira, P.C. (2006).** Electrophysiological Responses of Eucalyptus Brown Looper *Thyrintina arnobia* to Essential oils of seven *Eucalyptus* Species. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 17(3), 555–561. <https://doi.org/10.1590/S0103-50532006000300019>.
- Beckett, S.J., Fields, P.G., & Subramanyam, B. (2007).** Disinfestation of stored products and associated structures using heat. In J. Tang, E. Mitcham, S. Wang, & S. Lurie (Eds.), *Heat Treatments for Postharvest Pest Control* (pp. 182–237). UK: CAB International. <https://doi.org/10.1079/9781845932527.0182>.
- Bedini, S., Djebbi, T., & Ascrizzi, R. (2024).** Repellence and attractiveness: The hormetic effect of aromatic plant essential oils on insect behavior. *Industrial Crops and Products*, 210, 118122. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024.118122>.
- Berger, R.G. (Ed.). (2007).** *Flavours and Fragrances: Chemistry, Bioprocessing and*

Sustainability. Springer Science & Business Media.

Bernard, K., Groden, E., & Drummond, F.A. (2020). Evaluation of four plant extract repellents for management of the European red ant *Myrmica rubra*. Journal of Economic Entomology, 113(4), 1609–1617. <https://doi.org/10.1093/jee/toaa091>.

Bhattarai, N., & Karki, M. (2004). Medicinal and aromatic plants – Ethnobotany and conservation status. In J. Burley, J. Evans, & J. Youngquist (Eds.), Encyclopedia of Forest Sciences (pp. 523–532). London, UK: Academic Press.

Birch, L.C. (1953). Experimental background to the study of the distribution and abundance of insects: I. The influence of temperature, moisture and food on the innate capacity for increase of three grain beetles. Ecology, 34(4), 698–711.

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. <https://doi.org/10.1093/ee/nvw100>.

Boukhatem, M.N., Amine, F.M., Kameli, A., Saidi, F., Walid, K., & Mohamed, S.B. (2014). Quality assessment of the essential oil from *Eucalyptus globulus* Labill of Blida (Algeria) origin. International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy, 17.

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. [https://doi.org/10.1016/0003-2697\(76\)90527-3](https://doi.org/10.1016/0003-2697(76)90527-3).

e

Cabrera, M.N., Arrosbide, M.F., Franzoni, P., & Cassella, N. (2016). Integrated forest biorefineries: green liquor extraction in eucalyptus wood prior to kraft pulping. Biomass Conversion and Biorefinery, 6(4), 465–474. <https://doi.org/10.1007/s13399-016-0203-0>.

Cai, Z.M., Peng, J.Q., Chen, Y., Tao, L., Zhang, Y.Y., Fu, L.Y., Long, Q.D., & Shen, X. C. (2021). 1, 8-Cineole: a review of source, biological activities, and application. Journal of Asian Natural Products Research, 23(10), 938–954. <https://doi.org/10.1080/10286020.2020.1839432>.

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.
<https://doi.org/10.1242/jeb.01093>.

Carrasco, A., Perez, E., Cutillas, A.B., Martinez-Gutierrez, R., Tomas, V., & Tudela, J. (2016). *Origanum vulgare* and *Thymbra capitata* essential oils from Spain: determination of aromatic profile and bioactivities. *Natural Product Communications*, 11, 1934578X1601100133. <https://doi.org/10.1177/1934578X1601100133>.

Carrasco, D., Lefèvre, T., Moiroux, N., Pennetier, C., Chandre, F., & Cohuet, A. (2019). Behavioural adaptations of mosquito vectors to insecticide control. *Current Opinion in Insect Science*, 34, 48–54. <https://doi.org/10.1016/j.cois.2019.03.005>.

Carvalho, J.D.D., Neves, F.L., Silva, C.D.D., & Bittencourt, M.A.L. (2017). Biological aspects and insecticide action of plant species on eggs and nymphs of citrus black fly (*Aleurocanthus woglumi* Ashby) at laboratory level. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 39(5), e-045. <https://doi.org/10.1590/0100-29452017045>.

Cespi, M., Quassinti, L., Perinelli, D.R., Bramucci, M., Iannarelli, R., Papa, F., Bonacucina, G., Palmieri, G.F., & Maggi, F. (2017). Microemulsions enhance the shelf life and processability of *Smyrniolus olusatrum* L. essential oil. *Flavour and Fragrance Journal*, 32(3), 159–164. <https://doi.org/10.1002/ffj.3367>.

Chapman, R. (1998). Les insectes : structure et fonction. 4e édition. Cambridge University Press, Cambridge, New York and Melbourne.

Chapman, R.F., Simpson, S.J., & Douglas, A.E. (2013). The insects: Structure and function. Cambridge University Press. 929 pages.

Chaubey, M.K. (2011). Toxicity of essential oil combinations against *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae). *World Journal of Zoology*, 6(1), 22–25.

Chaubey, M.K. (2017). Evaluation of insecticidal properties of *Cuminum cyminum* and *Piper nigrum* essential oils against *Sitophilus zeamais*. *Journal of Entomology*, 148–154.

Chauhan, N., Kashyap, U., Dolma, S.K., & Reddy, S.G.E. (2022). Chemical composition,

insecticidal, persistence and detoxification enzyme inhibition activities of essential oil of *Artemisia maritima* against the pulse beetle. *Molecules*, 27(5), 1547. <https://doi.org/10.3390/molecules27051547>.

Christofoli, M., Costa, E.C.C., Bicalho, K.U., Domingues, V.C., Peixoto, M.F., Alves, C. C.F., Araújo, W.L., & de Melo Casal, C. (2015). Insecticidal effect of nanoencapsulated essential oils from *Zanthoxylum rhoifolium* (Rutaceae) on *Bemisia tabaci* populations. *Industrial Crops and Products*, 70, 301–308. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.03.025>.

Cimanga, K., Kambu, K., Tona, L., & Vlietinck, A.J. (2002). *Journal of Ethnopharmacology*, 79(2), 213–220. [https://doi.org/10.1016/S0378-8741\(01\)00384-1](https://doi.org/10.1016/S0378-8741(01)00384-1).

Conti, B., Bocchino, R., Cosci, F., Ascrizzi, R., Flamini, G., & Bedini, S. (2020). Essential oils against *Varroa destructor*: a soft way to fight the parasitic mite of *Apis mellifera*. *Journal of Apicultural Research*, 59(5), 774–782. <https://doi.org/10.1080/00218839.2020.1790790>.

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. ISSN 0048-3575. <https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2018.01.010>.



Dalmas, C.A., & Koutroubas, S.D. (2018). Current status and recent developments in biopesticide use. *Agriculture*, 8, 13. <https://doi.org/10.3390/agriculture8010013>.

Damalas, C.A., & Eleftherohorinos, I.G. (2011). Pesticide exposure, safety issues, and risk assessment indicators. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 8(5), 1402–1419. <https://doi.org/10.3390/ijerph8051402>.

Darroui-Mokaddem, H., Kabouche, A., Bouacha, M., Soumati, B., El-Azzouny, A., Bruneau, C., & Kabouche, Z. (2010). GC/MS analysis and antimicrobial activity of the essential oil of fresh leaves of *Eucalyptus globulus*, and leaves and stems of *Smyrniololus atrum* from Constantine (Algeria). *Natural Product Communications*, 5(10), 1669–72.

Darroui-Mokaddem, H. (2012). Étude phytochimique et biologique des espèces *Eucalyptus*

globulus, *Smyrnum olusatrum*, *Asteriscus maritimus* et *Chrysanthemum trifurcatum*. Thèse de Doctorat, Université d'Annaba, Algérie.

Delobel, A., & Tran, M. (1993). Les Coléoptères des denrées alimentaires entreposées dans les régions chaudes. Paris : ORSTOM, 424 p.

Demeter, S., Lebbe, O., Hecq, F., Nicolis, S.C., Kenne Kemene, T., Martin, H., Fauconnier, M.L., & Hance, T. (2021). Insecticidal activity of 25 essential oils on the stored-product pest *Sitophilus granarius*. *Foods*, 10(2), 200. <https://doi.org/10.3390/foods10020200>.

Depledge, M.H. (2020). The rational basis for the use of biomarkers as ecotoxicological tools. In *Nondestructive Biomarkers in Vertebrates* (pp. 271–295). CRC Press.

Derwich, E., Benziane, Z., & Boukir, A. (2009). GC/MS analysis of volatile constituents and antibacterial activity of the essential oil of the leaves of *Eucalyptus globulus* in the Middle Atlas from Morocco. *Advances in Natural and Applied Sciences*, 305–314.

De Sá, A.Á.M., dos Santos, E.W.P., Santana, M.H.D.S, Santos, A.D.J., de Araujo, G.R.S., Santana, D.G., & Lira, A.A.M. (2020). Évaluation de l'incorporation d'huiles essentielles dans des microémulsions : une formulation prometteuse pour l'inhibition de la tyrosinase. *Industrial Crops and Products*, 154, 112654.

Desoky, E.S.M., Saad, A.M., El-Saadony, M.T., Merwad, A.R.M., & Rady, M.M. (2020). Plant growth-promoting rhizobacteria: Potential improvement in antioxidant defense system and suppression of oxidative stress for alleviating salinity stress in *Triticum aestivum* (L.) plants. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, 30, 101878. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2020.101878>.

Dieudonné, E., Gautier, H., Dardouri, T., Staudt, M., Costagliola, G., & Gomez, L. (2022). Establishing repellent effects of aromatic companion plants on *Dysaphis plantaginea*, using a new dynamic tubular olfactometer. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 170(8), 727–743.

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. (2013).** Plant essential oils from Apiaceae family as alternatives to conventional insecticides. *Ecologia Balkanica*, 5(1).
- 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. *Annals of Research & Review in Biology*, 3(4), 649–658.
- Ebadollahi, A., & Taghinezhad, E. (2020).** Modeling and optimization of the insecticidal effects of *Teucrium polium* L. essential oil against red flour beetle (*Tribolium castaneum* Herbst) using response surface methodology. *Information Processing in Agriculture*, 7(2), 286–293.
- Ebadollahi, A., Naseri, B., Abedi, Z., Setzer, W.N., & Changbunjong, T. (2022).** Promising insecticidal efficiency of essential oils isolated from four cultivated Eucalyptus species in Iran against the lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica* (F.). *Insects*, 13(6), 517.
- Edde, P.A., & Phillips, T.W. (2006).** Potential host affinities for the lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica*: Behavioral responses to host odors and pheromones and reproductive ability on non-grain hosts. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 119(3), 255–263.
- Elaissi, A., Rouis, Z., Mabrouk, S., Salah, K.B.H., Aouni, M., Khouja, M.L., Farhat, F., Chemli, R., & Harzallah-Skhiri, F. (2012).** Correlation between chemical composition and antibacterial activity of essential oils from fifteen Eucalyptus species growing in the Korbous and Jbel *Abderrahman arboreta* (North-East Tunisia). *Molecules*, 17(3), 3044–3057.
- El-Akhal, F., Guemmouh, R., Ez Zoubi, Y., & El Ouali Lalami, A. (2015).** Larvicidal activity of Nerium oleander against larvae of West Nile vector mosquito *Culex pipiens* (Diptera: Culicidae). *Journal of Parasitology Research*, 2015, 943060.
- Ellman, G.L., Courtney, K.D., Andres, V., & Featherstone, R.M. (1961).** A new and rapid colorimetric determination of acetylcholinesterase activity. *Biochemical Pharmacology*, 7, 88–95.

Ender, I., Ferah, A., Kemal, B., & Ahmet, G. (2005). Biochemical stress indicators of greater wax moth exposure to organophosphorus insecticides. *Journal of Economic Entomology*, 98, 358–366.

7

Fang, J.X., Zhang, S.F., Liu, F., Cheng, B., Zhang, Z., Zhang, Q.H., & Kong, X.B. (2021). Functional investigation of monoterpenes for improved understanding of the relationship between hosts and bark beetles. *Journal of Applied Entomology*, 145(4), 303–311. <https://doi.org/10.1111/jen.12850>.

Fanun, M. (2012). Microemulsions as delivery systems, *Current Opinion in Colloid & Interface Science*. 17 (5), 306-313. <https://doi.org/10.1016/j.cocis.2012.06.001>.

Faraone, N., Hillier, N.K., & Cutler, G.C. (2015). Plant essential oils synergize and antagonize toxicity of different conventional insecticides against *Myzus persicae* (Hemiptera: Aphididae). *PLoS ONE*, 10, e0127774. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0127774>.

Fields, R.D., & Burnstock, G. (2006). Purinergic signalling in neuron–glia interactions. *Nature Reviews Neuroscience*, 7(6), 423–436. <https://doi.org/10.1038/nrn1928>.

Franz, C.H. (1993). Genetics. In R. K. M. Hay & P. G. Waterman (Eds.), *Volatile oil crops: Their biology, biochemistry, and production* (pp. 93–116). Longman, Harlow, UK.

Fratini, F., Casella, S., Leonardi, M., Pisseri, F., Ebani, V.V., Pistelli, L., & Pistelli, L. (2014). Antibacterial activity of essential oils, their blends and mixtures of their main constituents against some strains supporting livestock mastitis. *Fitoterapia*, 96, pp.1-7.

8

Gäde, G. (2004). Regulation of intermediary metabolism and water balance of insects by neuropeptides. *Annual Review of Entomology*, 49, 93–113. <https://doi.org/10.1146/annurev.ento.49.061802.123354>.

Gao, Q., Song, L., Sun, J., Cao, H.Q., Wang, L., Lin, H., & Tang, F. (2019). Repellent action and contact toxicity mechanisms of the essential oil extracted from Chinese chive against *Plutella xylostella* larvae. *Archives of Insect Biochemistry and Physiology*, 100(1), e21509.

- García, M., Donadel, O.J., Ardanaz, C.E., Tonn, C.E., & Sosa, M.E. (2005).** Toxic and repellent effects of *Baccharis salicifolia* essential oil on *Tribolium castaneum*. *Pest Management Science*, 61(6), 612–618.
- Gerozisis, J., Hadlington, P., & Staunton, I. (2008).** Urban pest management in Australia (5th ed.). UNSW Press, Australia.
- Ghaffar, A., Yameen, M., Kiran, S., Kamal, S., Jalal, F., Munir, B., Saleem, S., Rafiq, N., Ahmad, A., & Jabbar, A. (2015).** Chemical composition and in vitro evaluation of the antimicrobial and antioxidant activities of essential oils extracted from seven Eucalyptus species. *Molecules*, 20(11), 20487–20498.
- Gilles, M., Zhao, J., An, M., & Agboola, S. (2010).** Chemical composition and antimicrobial properties of essential oils of three Australian Eucalyptus species. *Food Chemistry*, 119(2), 731–737. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.07.021>.
- 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.
- Goharrostami, M., Sendi, J.J., Hosseini, R., & Mahmoodi, N.O.A. (2022).** Effect of thyme essential oil and its two components on toxicity and some physiological parameters in mulberry pyralid *Glyphodes pyloalis* Walker. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 188, 105220. <https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2022.105220>
- Goldsworthy, G.J., Mordue, W. & Guthkelch, J. (1972).** Studies on insect adipokinetic hormones. *General and Comparative Endocrinology*. 18(3): 545-551. [https://doi.org/10.1016/0016-6480\(72\)90034-2](https://doi.org/10.1016/0016-6480(72)90034-2).
- Gong, Y., Li, T., Hussain, A., Xia, X., Shang, Q., & Ali, A. (2023).** The side effects of insecticides on insects and the adaptation mechanisms of insects to insecticides. *Frontiers in Physiology*, 14, 1287219.
- Grifoni, L., Sacco, C., Donato, R., Tziakas, S., Tomou, E.-M., Skaltsa, H., Vanti, G., Bergonzi, M.C., & Bilia, A. R. (2024).** Environmentally friendly microemulsions of essential oils of *Artemisia annua* and *Salvia fruticosa* to protect crops against *Fusarium verticillioides*. *Nanomaterials*, 14, 1715. <https://doi.org/10.3390/nano14211715>.

Grote, U., Fasse, A., Nguyen, T.T., & Erenstein, O. (2021). Food security and the dynamics of wheat and maize value chains in Africa and Asia. *Frontiers in Sustainable Food Systems*. <https://doi.org/10.3389/fsufs.2020.617009>.

Guettal, S., Tine, S., Tine-Djebbar, F., & Soltani, N. (2020a). Evaluation of *Citrus limonum* essential oil as a protectant against the granary weevil *Sitophilus granarius*. *Allelopathy Journal*, 51(1), 79–92.

Guettal, S., Tine, S., Hamaidia, K., Tine-Djebbar, F., & Soltani, N. (2020b). Effect of *Citrus limonum* essential oil against *Sitophilus granarius*: Chemical composition, biological activities and energy reserves. *International Journal of Tropical Insect Science*, 41(2), 1531–1541.

Guettal, S. (2021). Effets de deux biopesticides d'origine végétale sur les ravageurs des denrées stockées. Thèse de Doctorat LMD en Physiologie Animale. Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi, Tébessa. 141p.

Guimarães, L.P., do Amaral, P.H.M., & da Gama Alves, R. (2025). Taxonomic and functional diversity of oligochaetes in Neotropical springs: The influence of eucalyptus monocultures. *Hydrobiologia*, 852(12), 3013–3024. <https://doi.org/10.1007/s10750-024-05539-w>.

Gupta, A., Sharma, S., & Naik, S.N. (2011). Biopesticidal value of selected essential oils against pathogenic fungus, termites and nematodes. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 65(5), 703–707. <https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2010.11.018>.

Gupta, P., & Vasudeva, N. (2012). Marigold: A potential ornamental plant drug. *Hamdard Medicus*, 55(1), 45-59

Gupta, I., Singh, R., Muthusamy, S., Sharma, M., Grewal, K., Singh, H.P., & Batish, D.R. (2023). Huiles essentielles végétales comme biopesticides : applications, mécanismes, innovations et contraintes. *Plants*, 12 (16), 2916. <https://doi.org/10.3390/plants12162916>.



Hagstrum, D.W., Phillips, T.W., & Cuperus, G. (2012). Stored product protection. Kansas State University, Manhattan, KS, KSRE Publications. ISBN 978-0-9855003-0-6.

- Hakkak, R., Gauss, C.H., Bell, A., & Korourian, S. (2018).** Short-term soy protein isolate feeding prevents liver steatosis and reduces serum ALT and AST levels in obese female Zucker rats. *Biomedicines*, 6(2), 55.
- Han, Q., Zhuang, P., & Tang, Z. (1995).** The mechanism of resistance to fenitrothion in *Chilo suppressalis* Walker. *Acta Entomologica Sinica*, 38, 266–272.
- 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. *Bulgarian Journal of Agricultural Science*, 22(3), 470–476.
- Harkat-Madouri, L., Asma, B., Madani, K., Said, Z.B.O.S., Rigou, P., Grenier, D., Allalou, H., Remini, H., Adjaoud, A., & Boulekbache-Makhlouf, L. (2015).** Chemical composition, antibacterial and antioxidant activities of essential oil of *Eucalyptus globulus* from Algeria. *Industrial Crops and Products*, 78, 148–153.
- Hasheminia, S.M., Sendi, J.J., Jahromi, K.T., & Moharramipour, S. (2011).** Effects of *Artemisia annua* and *Achillea millefolium* crude leaf extracts on toxicity, development, feeding efficiency and enzymatic activities of *Pieris rapae*. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 99(3), 244–249.
- Haubruge, É., & Amichot, M. (1998).** Les mécanismes responsables de la résistance aux insecticides chez les insectes et les acariens. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*. 2 (3), 161–174.
- Hemingway, J., & Ranson, H. (2000).** Insecticide resistance in insect vectors of human disease. *Annual Review of Entomology*, 45, 371–391. <https://doi.org/10.1146/annurev.ento.45.1.371>.
- Hernández, A.F., Parrón, T., Tsatsakis, A.M., Requena, M., Alarcón, R., & López-Guarnido, O. (2013a).** Toxic effects of pesticide mixtures at a molecular level: Relevance to human health. *Toxicology*, 307, 136–145. <https://doi.org/10.1016/j.tox.2012.06.009>.
- Hernández, A.F., Gil, F., Lacasaña, M., Rodríguez-Barranco, M., Tsatsakis, A.M., Requena, M., & Alarcón, R. (2013b).** Pesticide exposure and genetic variation in xenobiotic-metabolizing enzymes interact to induce biochemical liver damage. *Food and Chemical Toxicology*, 61, 144–151. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2013.05.012>.

Heylen, D., Bevacqua, E., Pelachaud, C., Poggi, I., Gratch, J., & Schröder, M. (2010). Generating listening behaviour. In *Emotion-oriented systems: The Humaine handbook* (pp. 321–347). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg. https://doi.org/10.1007/978-3-642-15184-2_17.

Huang, Z., Shi, P., Dai, J., & Du, J. (2004). Protein metabolism in *Spodoptera litura* is influenced by the botanical insecticide azadirachtin. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 80(2), 85–93. <https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2004.07.001>.

7

Igrejas, G., & Branlard, G. (2020). Wheat quality for improving processing and human health. Springer, Cham. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-34163-3>.

Isman, M.B. (2000). Plant essential oils for pest and disease management. *Crop Protection*, 19(8–10), 603–608. [https://doi.org/10.1016/S0261-2194\(00\)00079-X](https://doi.org/10.1016/S0261-2194(00)00079-X).

Isman, M.B. (2006). Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. *Annual Review of Entomology*, 51, 45–66. <https://doi.org/10.1146/annurev.ento.51.110104.151146>.

Isman, M.B. (2020). Botanical insecticides in the twenty-first century: Fulfilling their promise? *Annual Review of Entomology*, 65, 233–249. <https://doi.org/10.1146/annurev-ento-011019-025010>.

8

Jaffar, S., & Lu, Y. (2022). Toxicity of some essential oil constituents against oriental fruit fly *Bactrocera dorsalis* (Diptera: Tephritidae). *Insects*, 13(10), 954. <https://doi.org/10.3390/insects13100954>.

Jain, R., & Mittal, I.C. (2012). Diversity, faunal composition and conservation assessment of dung beetles (Coleoptera: Scarabaeidae) in two reserve forests of Haryana, India. *Faunistic Entomology*. 65, 69-79. <https://popups.uliege.be/2030-6318/index.php?id=2353>.

Jalali-Jivan, M., Abbasi, S., & Fathi-Achachlouei, B. (2021). Lutein extraction by microemulsion technique: Stability evaluation under thermal processing and environmental stresses. *LWT – Food Science and Technology*, 149, 111839.

Jayakumar, M., Arivoli, S., Raveen, R., & Tennyson, S. (2017). Repellent activity and fumigant toxicity of selected plant oils against the rice weevil *Sitophilus oryzae*. *Journal of Entomology and Zoology Studies*, 5(2), 324–335.

Jerbi, A., Derbali, A., Elfeki, A., & Kammoun, M. (2017). Essential oil composition and biological activities of *Eucalyptus globulus* leaf extracts from Tunisia. *Journal of Essential Oil-Bearing Plants*, 20(2), 438–448. <https://doi.org/10.1080/0972060X.2017.1304832>.

Juergens, U.R. (2014). Anti-inflammatory properties of the monoterpene 1,8-cineole: Current evidence for co-medication in inflammatory airway diseases. *Drug Research*, 64(12), 638–646. <https://doi.org/10.1055/s-0034-1372609>.

Juergens, L.J., Worth, H., & Juergens, U.R. (2020). New perspectives for mucolytic, anti-inflammatory and adjunctive therapy with 1,8-cineole in COPD and asthma. *Advances in Therapy*, 37(5), 1737–1753. <https://doi.org/10.1007/s12325-020-01279-0>.



Kah, M., Beulke, S., Tiede, K., & Hofmann, T. (2013). Nanopesticides: State of knowledge, environmental fate and exposure modeling. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 43, 1823–1867.

Kalogianni, E., Vourka, A., Karaouzas, I., Vardakas, L., Laschou, S., & Skoulidakis, N.T. (2017). Effets combinés du stress hydrique et de la pollution sur les communautés de macroinvertébrés et de poissons dans une rivière intermittente méditerranéenne. *Science of the Total Environment*, 603, 639–650. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.06.078>.

Karemu, C.K., Ndung'u, M.W., & Githua, M. (2013). Repellent effects of essential oils from selected *Eucalyptus* species and their major constituents against *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). *International Journal of Tropical Insect Science*, 33(3), 188–194.

Kaufmann, C., & Brown, M.R. (2008). Regulation of carbohydrate metabolism and flight performance in mosquitoes. *Journal of Insect Physiology*, 54(2), 367–377.

- Kedia, A., & Dubey, N.K. (2018).** Nanoencapsulation of essential oils: A possible way for an eco-friendly strategy to control postharvest spoilage of food commodities from pests. In *Nanomaterials in plants, algae, and microorganisms*. Academic Press. pp. 501–522.
- Khalfi, O., Benyoussef, E.H., & Yahiaoui, N. (2006).** Extraction, analysis and insecticidal activity of spearmint essential oil from Algeria against *Rhyzopertha dominica* (F.). *Journal of Essential Oil-Bearing Plants*, 9, 17–21.
- Khater, H.F. (2012).** Prospects of botanical biopesticides in insect pest management. *Pharmacologia*, 3(12), 641–656.
- Khater, K.S., & El-Shafiey, S.N. (2015).** Insecticidal effect of essential oils against *Tribolium castaneum*. *Egyptian Journal of Biological Pest Control*, 25(1), 129-134.
- Khater, D., Nsairat, H., Odeh, F., Saleh, M., Jaber, A., Alshaer, W., Al Bawab, A., & Mubarak, M. S. (2021).** Design, preparation, and characterization of effective dermal and transdermal lipid nanoparticles: A review. *Cosmetics*, 8(2), 39.
- Kim, S.W., Kang, J., & Park, I.K. (2013).** Fumigant toxicity of Apiaceae essential oils and their constituents against *Sitophilus oryzae* and their acetylcholinesterase inhibitory activity. *Journal of Asia-Pacific Entomology*, 16(4), 443–448.
- Klowden, M.J. (2013).** Physiological systems in insects. Academic Press.
- Kogan, A., & Garti, N. (2006).** Microemulsions as transdermal drug delivery vehicles. *Advances in Colloid and Interface Science*, 123, 369–385.
- Koul, O., Walia, S., & Dhaliwal, G. (2008).** Essential oils as green pesticides: Potential and constraints. *Biopesticides International*, 4, 63–84.
- Koundal, R., Kumar, D., Walia, M., Kumar, A., Thakur, S., Chand, G., Padwad, Y.S., & Agnihotri, V.K. (2016).** Chemical and in vitro cytotoxicity evaluation of essential oil from *Eucalyptus citriodora* fruits growing in the Northwestern Himalaya, India. *Flavour and Fragrance Journal*, 31(2), 158–162.
- Koziol, N. (2015).** Huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus*, d'*Eucalyptus radiata* et de *Corymbia citriodora* : qualité, efficacité et toxicité. Thèse de Doctorat, Université de Lorraine.

Krogh, K.A., Halling-Sørensen, B., Mogensen, B.B., & Vejrup, K.V. (2003). Environmental properties and effects of nonionic surfactant adjuvants in pesticides: A review. *Chemosphere*, 50, 871–901.

Kumar, P., Mishra, S., Malik, A., & Satya, S. (2012). Compositional analysis and insecticidal activity of *Eucalyptus globulus* (Myrtaceae) essential oil against housefly (*Musca domestica*). *Acta Tropica*, 122(2), 212–218.

Kumar, P., Mishra, S., Malik, A., & Satya, S. (2013a). Housefly (*Musca domestica* L.) control potential of *Cymbopogon citratus* essential oil and monoterpenes (citral and 1,8-cineole). *Parasitology Research*, 112(1), 69–76.

Kumar, S., Dilbaghi, N., Rani, R., Bhanjana, G., & Umar, A. (2013b). Novel approaches for enhancement of drug bioavailability. *Reviews in Advanced Sciences and Engineering*, 2(2), 133–154.

Kumrungsee, N., Pluempanupat, W., Koul, O., & Bullangpoti, V. (2014). Toxicity of essential oil compounds against diamondback moth, *Plutella xylostella*, and their impact on detoxification enzyme activities. *Journal of Pest Science*, 87(4), 721–729.



Lahlou, Y., El Amraoui, B., El Wahidi, M., Moujabbir, S., Aboukhalaf, A., & Bamhaoud, T. (2022). Evaluation of the anti-Candida albicans and anti-Cryptococcus neoformans activity of essential oils from three Moroccan medicinal plants. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 1090(1): 012026. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/1090/1/012026>.

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. [https://doi.org/10.1016/S0261-2194\(00\)00083-2](https://doi.org/10.1016/S0261-2194(00)00083-2).

Lee, B.H., Annis, P.C., Tumaalii, F.A., & Lee, S. (2003). The potential of 1,8-cineole as a fumigant for stored wheat. In *Proceedings of the Australian Postharvest Technical Conference*, Canberra, pp. 25–27.

- Lee, B.H., Annis, P.C., & Choi, W.S. (2004).** Fumigant toxicity of essential oils from the Myrtaceae family and 1,8-cineole against three major stored-grain insects. *Journal of Stored Products Research*, 40: 553–564. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2003.09.001>.
- Lengai, G.M., Muthomi, J.W., & Mbega, E.R. (2020).** Phytochemical activity and role of botanical pesticides in pest management for sustainable agricultural crop production. *Scientific African*, 7 : e00239. <https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2019.e00239>.
- Lepesme, P. (1944).** Coléoptères des denrées alimentaires et des produits industriels entreposés. Paul Lechevalier, Paris, 336 p.
- Liao, M., Xiao, J.J., Zhou, L.J., Yao, X., Tang, F., Hua, R.M., Wu, X.W., & Cao, H.Q. (2017).** Chemical composition, insecticidal and biochemical effects of *Melaleuca alternifolia* essential oil on *Helicoverpa armigera*. *Journal of Applied Entomology*, 141(9): 721–728. <https://doi.org/10.1111/jen.12398>.
- Liska, A., Rozman, V., Kalinovic, I., Ivecic, M., & Balicevic, R. (2010).** Contact and fumigant activity of 1,8-cineole, eugenol and camphor against *Tribolium castaneum* (Herbst). *Julius-Kühn-Archiv*, 425, 716.
- Liu, F., Wen, L.X., Li, Z.Z., Yu, W., Sun, H.Y., & Chen, J.F. (2006).** Porous hollow silica nanoparticles as controlled delivery system for water-soluble pesticide. *Materials Research Bulletin*, 41, 2268–2275. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2006.04.020>.
- Longstaff, B.C. (1981).** The manipulation of the population growth rate of a pest species: an analytical approach. *Journal of Applied Ecology*, 18, 727–736.
- López, M.D., & Pascual-Villalobos, M.J. (2010).** Mode of inhibition of acetylcholinesterase by monoterpenoids and implications for pest control. *Industrial Crops and Products*, 31(2), 284–288. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2009.11.005>.
- López, M.D., Cantó-Tejero, M., & Pascual-Villalobos, M.J. (2021).** New insights into biopesticides: solid and liquid formulations of essential oils and derivatives. *Frontiers in Agronomy*, 3, 763530. <https://doi.org/10.3389/fagro.2021.763530>.
- Lucia, A., Licastro, S., Zerba, E., & Masuh, H. (2008).** Yield, chemical composition, and bioactivity of essential oils from twelve species of *Eucalyptus* on *Aedes aegypti* larvae. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 129(1), 107–114.

Lucia, A., Girard, C., Fanucce, M., Coviella, C., Rubio, R.G., Ortega, F., & Guzmán, E. (2020). Development of an environmentally friendly larvicidal formulation based on essential oil compound blends to control *Aedes aegypti* larvae: correlations between physicochemical properties and insecticidal activity. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 8(29), 10995–11006. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c03300>.

M

Maciel, M.V., Morais, S.M., Bevilaqua, C.M.L., Silva, R.A., Barros, R.S., Sousa, R.N., Sousa, L.C., Brito, E.S., & Souza-Neto, M.A. (2010). Chemical composition of *Eucalyptus spp.* essential oils and their insecticidal effects on *Lutzomyia longipalpis*. *Veterinary Parasitology*, 167(1), 1–7.

Maddocks-Jennings, W., Wilkinson, J.M., & Shillington, D. (2005). Novel approaches to radiotherapy-induced skin reactions: A literature review. *Complementary Therapies in Clinical Practice*, 11, 224–231.

Makarem, H.A., Kholy, S.E., Abdel-Latif, A., & Seif, A.I. (2015). Physiological and biochemical effects of some essential oils on the granary weevil, *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera: Curculionidae). *Egyptian Journal of Experimental Biology (Zoology)*, 11(2), 117–123.

Mann, S.R., & Kaufman, E.P. (2012). Natural product pesticides: their development, delivery and use against insect vectors. *Mini-Reviews in Organic Chemistry*, 9(2), 185–202.

Mariajancyrani, J., Chandramohan, G., Brindha, P., & Saravanan, P. (2014). GC–MS analysis of terpenes from hexane extract of *Lantana camara* leaves. *International Journal of Advances in Pharmacy, Biology and Chemistry*, 3(1), 2277–4688.

Marrio, D.L.M., Giovanni, S., Stefania, D., & Emanela, B. (2002). Essential oil formulations useful as a new tool for insect pest control. *AAPS PharmSciTech*, 3 (2), 64–74. <https://doi.org/10.1208/pt030213>

- Martin, A., Varona, S., Navarrete, A., & Cocero, M.J. (2010).** Encapsulation and co-precipitation processes with supercritical fluids: Applications with essential oils. *Open Chemical Engineering Journal*, 4, 31–41.
- Mason, L.J., & McDonough, M. (2012).** Biology, behavior, and ecology of stored grain and legume insects. *Stored Product Protection*, 1(7), 7–20.
- McClements, D.J. (2012).** Nanoemulsions versus microemulsions: Terminology, differences, and similarities. *Soft Matter*, 8(6), 1719–1729.
- McClements, D.J., & Jafari, S.M. (2018).** Improving emulsion formation, stability and performance using mixed emulsifiers: A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 251, 55–79.
- McDonald, L.L., Guy, R.D., & Speirs, R.D. (1970).** Preliminary evaluation of new candidate materials as toxicants, repellents, and attractants against stored product insects. *USDA Marketing Research Report*, 882.
- Merzougui, A., Tine, S., Tine-Djebbar, F., & Soltani, N. (2024).** Efficacy of *Cupressus sempervirens* essential oils against *Trogoderma granarium* evets (Coleoptera: Dermestidae). *International Journal of Tropical Insect Science*, 44(3), 1077-1089.
- Mishra, M., Sharma, A., Dagar, V.S., Warikoo, R., & Kumar, S. (2024).** Synergistic efficacy of β -sitosterol on the growth inhibitory impacts of triflumuron on *Helicoverpa armigera*. *International Journal of Tropical Insect Science*, 44(3), 1487–1498.
- Mitsou, E., Kalogianni, E.P., Georgiou, D., Stamatis, H., Xenakis, A., & Zoumpanioti, M. (2018).** Formulation and structural study of a biocompatible water-in-oil microemulsion as an enzyme carrier. *Langmuir*, 35(1), 150–160.
- Moghimipour, E., Salimi, A., & Eftekhari, S. (2013).** Design and characterization of microemulsion systems for naproxen. *Advanced Pharmaceutical Bulletin*, 3(1), 63–71.
- Mojarab-Mahboubkar, M., Sendi, J.J., & Aliakbar, A. (2015).** Effect of *Artemisia annua* essential oil on toxicity, enzyme activities and energy reserves of *Helicoverpa armigera*. *Journal of Plant Protection Research*, 55(4).
- Mossa, A.T.H. (2016).** Green pesticides: Essential oils as biopesticides in insect-pest management. *Journal of Environmental Science and Technology*, 9, 354–378.

Mossi, A.J., Astolfi, V., Kubiak, G., Lerin, L., Zanella, C., Toniazzi, G., Oliveira, D.D., Treichel, H., Devilla, I.A., Cansian, R., & Restello, R. (2011). Insecticidal and repellency activity of *Eucalyptus* sp. essential oil against *Sitophilus zeamais*. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(2), 273–277.

Moustafa, M.A.M., Awad, M., Amer, A., Hassan, N.N., Ibrahim, E.S., Ali, H.M., Akrami, M., Salem, M.Z.M. (2021). Insecticidal activity of lemongrass essential oil. *Insects*, 12(8), 737. <https://doi.org/10.3390/insects12080737>

Mulyaningsih, S., Sporer, F., Zimmermann, S., Reichling, J., & Wink, M. (2010). Synergistic properties of the terpenoids aromadendrene and 1,8-cineole from *Eucalyptus globulus*. *Phytomedicine*, 17(13), 1061–1066.

Mew, T.W., & Misra, J.K. (1994). A manual of rice seed health testing. International Rice Research Institute.

n

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.

Nation, J.L. (2008). *Insect physiology and biochemistry* (2nd ed.). CRC Press, London.

Nation, J.L. (2016). *Insect physiology and biochemistry*. CRC Press, London.

Nattudurai, G., Baskar, K., Paulraj, M.G., Islam, V.I.H., Ignacimuthu, S., & Duraipandiyar, V. (2017). Toxic effect of *Atalantia monophylla* essential oil on *Callosobruchus maculatus* and *Sitophilus oryzae*. *Environmental Science and Pollution Research*, 24(2), 1619–1629.

Navarro, S., & Noyes, R.T. (2001). *The mechanics and physics of modern grain aeration management*. CRC Press, USA, 672 p.

Navayan, A., Moghimipour, E., Khodayar, M.J., Vazirianzadeh, B., Siahpoosh, A., Valizadeh, M., & Mansourzadeh, Z. (2017). Evaluation of the mosquito repellent activity of

nano-sized microemulsion of *Eucalyptus globulus* essential oil against *Culicinae*. Jundishapur Journal of Natural Pharmaceutical Products, 12(4), e55626.

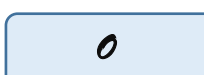
Negahban, M., & Moharramipour, S. (2007). Repellent activity and persistence of essential oil from *Artemisia sieberi* Besser on three stored-product insect species. Iranian Journal of Medicinal and Aromatic Plants Research, 22(4), 293–302.

Negahban, M., Moharramipour, S., Zand, M., & Hashemi, S. A. (2014). Repellent activity of nanoencapsulated essential oil of *Artemisia sieberi* Besser on *Plutella xylostella* larvae. Iranian Journal of Medicinal and Aromatic Plants, 29, 909–924.

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.

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

Ntalli, N.G., Ferrari, F., Giannakou, I., & Menkissoglu-Spiroudi, U. (2011). Synergistic and antagonistic interactions of terpenes against *Meloidogyne incognita* and nematicidal activity of essential oils from seven plants indigenous to Greece. Pest Management Science, 67(3), 341–351.



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.

Ogendo, J.O., Deng, A. L., Kostyukovsky, M., Ravid, U., Matasyoh, J.C., Omolo, E.O., Kariuki, S.T., Bett, P.K., Kamau, E. A.W., & Shaaya. (2010). Fumigant toxicity of five essential oil constituents against major stored-product insect pests of food grains. Second RUFORUM Biennial Meeting 20 - 24 September 2010, Entebbe, Uganda.

Oliveira, J.J., dos Passos, E.M., Alves, S.M., Sarmento, V.H.V., Bjerk, T.R., Cardoso, J. C., Blanco-Llamero, C., Souto, E.B., Severino, P., & Mendonça, M.C. (2024). Microemulsion of *Citrus aurantium* var. *dulcis* essential oil for control of *Aleurocanthus*

woglumi and selectivity evaluation. Crop Protection, 178, 106586.
<https://doi.org/10.1016/j.cropro.2024.106586>.

Oyedepi, A.O., Okunowo, W.O., Osuntoki, A.A., Olabode, T.B., & Ayo-Folorunso, F. (2020). Insecticidal and biochemical activity of essential oil from *Citrus sinensis* peel and its constituents on *Callosobruchus maculatus* and *Sitophilus zeamais*. Pesticide Biochemistry and Physiology, 168, 104643.

Özel, M.Z., Göğüs, F., & Lewis, A.C. (2008). Composition of *Eucalyptus camaldulensis* volatiles using direct thermal desorption coupled with comprehensive two-dimensional gas chromatography–time-of-flight mass spectrometry. Journal of Chromatographic Science, 46, 157–161.

P

Papachristos, D.P., & Stamopoulos, D.C. (2004). Fumigant toxicity of essential oils on *Acanthoscelides obtectus*. Journal of Stored Products Research, 40(5), 517–525.

Park, B.B., An, J.Y., & Park, S.U. (2021). Recent studies on pinene and its biological activities. EXCLI Journal, 20, 812.

Patel, M.R., Hirani, S.N., & Patel, R.B. (2018). Microemulsion for nasal delivery of Asenapine maleate in treatment of schizophrenia: Formulation considerations. Journal of Pharmaceutical Investigation, 48(3), 301–312.

Paul, I. (2007). Larousse des plantes médicinales. ISBN : 2-03-560252-1.

Pavela, R. (2008). Acute and synergistic effects of some monoterpenoid essential oil compounds on the house fly (*Musca domestica* L.). Journal of Essential Oil-Bearing Plants, 11(5), 451–459.

Pavela, R. (2015). Acute toxicity and synergistic and antagonistic effects of the aromatic compounds of some essential oils against *Culex quinquefasciatus* Say larvae. Parasitology Research, 114(10), 3835–3853.

Pavela, R., & Benelli, G. (2016). Essential oils as ecofriendly biopesticides? Challenges and constraints. Trends in Plant Science, 21(12), 1000–1007.

- Pavela, R., Pavoni, L., Bonacucina, G., Cespi, M., Kavallieratos, N.G., Cappellacci, L., Petrelli, R., Maggi, F., & Benelli, G. (2019).** Rationale for developing novel mosquito larvicides based on isofuranodiene microemulsions. *Journal of Pest Science*, 92, 909–921. <https://doi.org/10.1007/s10340-018-01076-3>.
- Pavoni, L., Maggi, F., Mancianti, F., Nardoni, S., Ebani, V.V., Cespi, M., Bonacucina, G., & Palmieri, G.F. (2019).** Microemulsions: An effective encapsulation tool to enhance the antimicrobial activity of selected essential oils. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 53, 101101.
- Pavoni, L., Perinelli, D.R., Bonacucina, G., Cespi, M., & Palmieri, G.F. (2020).** An overview of micro- and nanoemulsions as vehicles for essential oils : Formulation, preparation and stability. *Nanomaterials*, 10(1), 135.
- Pereira, S.I., Freire, C.S., Neto, C.P., Silvestre, A.J., & Silva, A.M. (2005).** Chemical composition of the essential oil distilled from the fruits of *Eucalyptus globulus* grown in Portugal. *Flavour and Fragrance Journal*, 20(4), 407–409.
- Pereira, J. L., Antunes, S.C., Castro, B.B., Marques, C.R., Gonçalves, A.M., Gonçalves, F., Pereira, R. (2009).** Toxicity evaluation of three pesticides on non-target aquatic and soil organisms: Commercial formulation versus active ingredient. *Ecotoxicology*, 18, 455–463. <https://doi.org/10.1007/s10646-009-0300-y>
- Perlatti, B., Souza Bergo, P.L., Fernandes, J.B., & Forim, M.R. (2013).** Polymeric nanoparticle-based insecticides. In *Insecticides: Development of safer technologies*. IntechOpen.
- Perry, N.B., Anderson, R.E., Brennan, N.J., Douglas, M.H., Heaney, A.J., McGimpsey, J.A., Smallfield, B.M. (1999).** Essential oils from Dalmatian sage (*Salvia officinalis* L.): variations among individuals, plant parts, seasons, and sites. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47, 2048–2054. <https://doi.org/10.1021/jf981170m>
- Piccolo, M.I., Toloza, A.C., Cueto, G.M., Zygadlo, J., & Zerba, E. (2008).** Anticholinesterase and pediculicidal activities of monoterpenoids. *Fitoterapia*, 79(4), 271–278.
- Pierattini, E.C., Bedini, S., Venturi, F., Ascrizzi, R., Flamini, G., Bocchino, R., Girardi, J., Giannotti, P., Ferroni, G., & Conti, B. (2019).** Sensory quality of essential oils and their

synergistic effect with diatomaceous earth, for the control of stored grain insects. *Insects*, 10(4), 114. <https://doi.org/10.3390/insects10040114>

Plarre, R. (2013). An attempt to reconstruct the natural and cultural history of the granary weevil, *Sitophilus granarius* (Coleoptera: Curculionidae). *European Journal of Entomology*, 107(1), 1–11.

Poirot, T. (2016). Bon usage des huiles essentielles, effets indésirables et toxicologie. Mémoire de thèse, Université de Lorraine, Faculté de pharmacie, 97 p.

Polatoğlu, K., & Karakoç, Ö.C. (2015). Biologically active essential oils against stored product pests. In V. Preedy (Ed.), *Essential oils in food preservation, flavor and safety* (pp. 39–59). Academic Press, London.

Potter, C. (1935). The biology and distribution of *Rhizopertha dominica* (Fab.). *Transactions of the Royal Entomological Society of London*, 83, 449–482. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2311.1935.tb02995.x>

Pradel, S.F., & Albert, M.S. (2021). Evaluation of the in vivo energy potency of ethanolic extracts and combinations of extracts from the leaves of *Gnetum africanum* Welv. and *Gnetum buchholzianum* Engl. (Gnetaceae): Two plants with hepatic potential and antioxidant protection. *Science, Technology and Development*, 23, 14–18.

Pratt, D.S., & Kaplan, M.M. (2000). Evaluation of abnormal liver-enzyme results in asymptomatic patients. *New England Journal of Medicine*, 342(17), 1266–1271.

Preet, S., & Sneha, A. (2011). Biochemical evidence of efficacy of *potash alum*. *Parasitology Research*, 108(6), 1533–1539.



Rajashekar, Y., Ravindra, K.V., & Bakthavatsalam, N. (2014). Leaves of *Lantana camara* Linn. (Verbenaceae) as a potential insecticide for the management of three species of stored grain insect pests. *Journal of Food Science and Technology*, 51(11), 3494–3499.

Rakshit, A.K., Naskar, B., & Moulik, S.P. (2019). Commemorating 75 years of microemulsion. *Current Science*, 116(6), 898–912.

- Ramzi, S., Seraji, A., Azadi Gonbad, R., & Roofigari Haghighat, S. (2022).** Effects of the extract and the essential oil of *Allium sativum* on tea mealy bug, *Pseudococcus viburni* Sigornet (Hemiptera: Pseudococcidae). *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, 42, 102359.
- Rees, D.P. (2004).** *Insects of Stored Products*. Manson Publishing Ltd., UK.
- Regnault-Roger, C., Vincent, C., & Arnason, J.T. (2012).** Essential oils in insect control. *Annual Review of Entomology*, 57, 405–424.
- Regnault-Roger, C. (2014).** *Produits de protection des plantes : Innovation et sécurité pour une agriculture durable*. Lavoisier, Paris, 368 p.
- Rehman, R., Hanif, M.A., Mushtaq, Z., Mochona, B., & Qi, X. (2016).** Biosynthetic factories of essential oils: The aromatic plants. *Natural Products Chemistry and Research*, 4(4), 227.
- Rekioua, N., Boumendjel, M., Taibi, F., Samar, M.F., Jemaa, J.M.B., Benaliouch, F., Negro, C., Nicoli, F., De Bellis, L., Boushih, E., & Haouel, S. (2022).** Insecticidal effect of *Eucalyptus globulus* and *Rosmarinus officinalis* essential oils on a stored food pest *Ephestia kuehniella* (Lepidoptera: Pyralidea). *Cellular and Molecular Biology*, 68(4), 144–157.
- 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.
- 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.
- Rozman, V., Kalinovic, I., & Liska, A. (2006).** Bioactivity of 1, 8-cineole, camphor and carvacrol against rusty grain beetle (*Cryptolestes ferrugineus* Steph.) on stored wheat. In *Proceedings of the 9th international working conference on stored product protection* (pp. 15-18). Campinas: ABRAPOS-Brazilian Post-harvest Association.
- Rozman, V., Kalinovic, I., & Korunic, Z. (2007).** Toxicity of naturally occurring compound of Lamiaceae and Lauraceae to three stored-product insects. *Journal of Stored Products Research*, 43(4), 349–355.

Rubika, R., Prabhu, T., Shenbagavalli, S., Rajangam, J., Anitha, T., Ramar, A., & Vasanthkumar, S. S. (2024). Plant essential oils to the rescue: An epic battle with biopesticides for pest control in agriculture. *Applied Ecology and Environmental Research*, 22(6).

S

Saad, M.M., El Gendy, A.N.G., Elkhateeb, A.M., & Abdelgaleil, S.A. (2022). Insecticidal properties and grain protective efficacy of essential oils against stored product insects. *International Journal of Tropical Insect Science*, 42(6), 3639–3648.

Said, Z.B.O.S., Haddadi-Guemghar, H., Boulekbache-Makhlouf, L., Rigou, P., Remini, H., Adjaoud, A., & Madani, K. (2016). Essential oils composition, antibacterial and antioxidant activities of hydrodistilled extract of *Eucalyptus globulus* fruits. *Industrial Crops and Products*, 89, 167-175. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.05.018>.

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), 53–60.

Sayada, N., Tine, S., & Soltani, N. (2021). Toxicity and physiological effects of essential oil from *Lavandula angustifolia* (M.) against *Rhyzopertha dominica* (F.) adults. *Journal of Entomological Research*, 45(suppl), 929-936. <https://doi.org/10.5958/0974-4576.2021.00144.4>

Sayada, N., Tine, S., & Soltani, N. (2022). Evaluation of a botanical insecticide, lavender (*Lavandula angustifolia* (M.)) essential oil as toxicant, repellent and antifeedant against lesser grain borer (*Rhyzopertha dominica*). *Applied Ecology & Environmental Research*, 20(2), 1301-1324. https://doi.org/10.15666/aeer/2002_13011324

Schwardt, H.H. (1933). Life history of the lesser grain borer. *Journal of the Kansas Entomological Society*, 6(2), 61–66.

Sebei, K., Sakouhi, F., Herchi, W., Khouja, M.L. & Boukhchina, S. (2015). Chemical composition and antibacterial activities of seven *Eucalyptus* species essential oils leaves. *Biological Research*, 48(1), 7.

Sell, C. (2010). Chemistry of essential oils. In: Baser K.H.C., Buchbauer G. (Eds.), *Handbook of Essential Oils: Science, Technology, and Applications*. CRC Press, Boca Raton, pp. 121–150.

- Selin-Rani, S., Senthil-Nathan, S., Thanigaivel, A., Vasantha-Srinivasan, P., Edwin, E.S., Ponsankar, A., Lija-Escaline, J., Kalaivani, K., Abdel-Megeed, A., Hunter, W.B., Alessandro, R.T. (2016).** Toxicity and physiological effect of quercetin on *Spodoptera litura* and a non-target earthworm *Eisenia fetida*. *Chemosphere*, 165, 257–267. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.08.136>
- Selvakumar, P. (2012).** Studies on the antidandruff activity of the essential oil of *Coleus amboinicus* and *Eucalyptus globulus*. *Asian Pacific Journal of Tropical Disease*, 2, S715–S719.
- Seo, S.M., Kim, J., Kang, J., Koh, S.H., Ahn, Y.J. & Park, I.K. (2014).** Fumigant toxicity and acetylcholinesterase inhibitory activity of Asteraceae essential oils against Japanese termite (*Reticulitermes speratus*). *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 113, 55–61.
- Shaaya, E., Kostjukovski, M., Eilberg, J.E., & Sukprakarn, C. (1997).** Plant oils as fumigants and contact insecticides for stored-product insects. *Journal of Stored Products Research*, 33(1), 7–15.
- Shahriari, M., Sahbzadeh, N., Zibae, A., Khani, A., & Senthil-Nathan, S. (2017).** Metabolic response of *Ephestia kuehniella* to essential oil of ajwain and thymol. *Toxin Reviews*, 36(3), 204–209.
- Shahriari, B., Hassanpoor, A., Navehebrahim, A., & Jafarinia, S. (2019).** A systematic review of green human resource management. *Journal of Novel Carbon Resource Sciences & Green Asia Strategy*, 6 (2), 177-189. <https://doi.org/10.5109/2328408>
- Shakeel, R., Masood, R., & Iram, A. (2018).** Aromatherapy and essential oil-bearing plants. *EC Pharmacology and Toxicology*, 6 (1), 5–12.
- Sharma, J.H., & Tiwari, S.N. (2021).** Fumigant toxicity of alpha-pinene, beta-pinene, eucalyptol, linalool and sabinene against rice weevil, *Sitophilus oryzae* (L.). *Pantnagar Journal of Research*, 19 (1), 50-55.
- Sharma, H., Kumar Sahu, G., & Kaur, C.D. (2021).** Development of ionic liquid microemulsion for transdermal delivery of a chemotherapeutic agent. *SN Applied Sciences*, 3, 215.

- Shibko, S., Koivistoinen, P., Tratnyek, C.A., Newhall, A.R., & Friedman, L. (1967).** Sequential quantitative determination of biomolecules from a single tissue homogenate. *Analytical Biochemistry*, 19, 514–528.
- Silva, S.M., Abe, S.Y., Murakami, F.S., Frensch, G., Marques, F.A., Nakashima, T. (2011).** Essential oils from different plant parts of *Eucalyptus cinerea* F. Muell. ex Benth. (Myrtaceae) as a source of 1,8-Cineole and their bioactivities. *Pharmaceuticals*, 4, 1535-1550. <https://doi.org/10.3390/ph4121535>
- Sohani, N.Z., Hojjati, M. & Barrachina, A.A. (2012).** Bioactivity of *Lantana camara* essential oil against *Callosobruchus maculatus*. *Chilean Journal of Agricultural Research*, 72(4), 502–507.
- Soltani, M., Abes, I.F.Z, Djabri, M., Mahieddine, R., Saadi, C., Tine-Djebbar, F., Tine, S., & Soltani, N. (2025).** Effects of Monoterpenes on digestive enzymatic activities and some constituents involved in intermediary metabolism of *Trogoderma granarium* (Everts) (Coleoptera: Dermestidae). *Natural Product Research*. <https://doi.org/10.1080/14786419.2025.2507818>
- Sousa, E.O., Rocha, J.B.T., Barros, A.R.C., & Costa, J.G.M. (2013).** Phytochemical characterization and antioxidant properties of *Lantana spp.* *Industrial Crops and Products*, 43, 517–522.
- Souto, E.B., Cano, A., Martins-Gomes, C., Coutinho, T.E., Zielińska, A., & Silva, A.M. (2022).** Microemulsions and nanoemulsions in skin drug delivery. *Bioengineering (Basel)*, 9(4):158. <https://doi.org/10.3390/bioengineering9040158>
- Souza, J., Santos, G.S., Barbosa, T.C., Souza dos Santos, A.L., Giovanini, L., & Andrade, L.N. (2021).** *Citrus sinensis* essential oil-based microemulsions. *ACS Food Science & Technology*, 1(3), 462–469. <https://doi.org/10.1021/acsfoodscitech.0c00150>
- Sparagano, O., Khallaayoune, K., Duvallet, G., Nayak, S., & George, D. (2013).** Terpenes as pesticides for poultry red mite. *Transboundary and Emerging Diseases*, 60, 150–153.
- Sridhar, S.R., Rajagopal, R.V., Rajavel, R., Masilamani, S., & Narasimhan, S. (2003).** Antifungal activity of essential oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 7596–7599.

Suhail, M., Rosenholm, J.M., & Minhas, M.U., (2019). Nanogels as drug-delivery systems. *Therapeutic Delivery*, 10(11), 697–717.

Sundaram, K., & Sloane, L. (1995). Effects of azadirachtin on *Tetranychus urticae*. *Journal of Environmental Science and Health B*, 30, 801–814.

7

Tak, J.H., & Isman, M.B. (2017). Enhanced cuticular penetration as the mechanism of synergy for the major constituents of thyme essential oil in the cabbage looper, *Trichoplusia ni*. *Industrial Crops and Products*, 101, 29–35.

Taleb-Toudert, K. (2015). Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien) : évaluation de leurs effets sur le bruche de niébé *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera : Bruchidae). Thèse de doctorat, Université Mouloud Mammeri.

Tan, M., Zhou, L., Huang, Y., Wang, Y., Hao, X., & Wang, J. (2008). Antimicrobial activity of globulol isolated from the fruits of *Eucalyptus globulus* Labill. *Natural Product Research*, 22, 569–575.

Tapondjou, A.L., Adler, C., Fontem, D.A., Bouda, H., & Reichmuth, C. (2005). Bioactivities of cymol and essential oils of *Cupressus sempervirens* and *Eucalyptus saligna* against *Sitophilus zeamais* and *Tribolium confusum*. *Journal of Stored Products Research*, 41(1), 91–102.

Tarigan, S.I., & Harahap, I.S. (2016). Toxicological and physiological effects of essential oils against *Tribolium castaneum* and *Callosobruchus maculatus*. *Journal of Biopesticides*, 9(2), 135.

Thibeault, C. (2023). Valorisation phytochimique et biologique des extractibles de bois de pin blanc. Thèse de doctorat, Université du Québec à Chicoutimi.

Thompson, V. (1966). Biology of the lesser grain borer *Rhyzopertha dominica* (F.). *Bulletin of Grain Technology*, 4, 163–168.

Tietz, N.W. (1999). Textbook of clinical chemistry. WB Saunders.

Tine, S., Halaimia, A., Chechoui, J., & Tine-Djebbar, F. (2017). Fumigant toxicity and repellent effect of azadirachtin against *Rhyzopertha dominica*. In: Kallel A. et al. (Eds.), Recent Advances in Environmental Science. Springer, Cham, pp. 399–401.

Tine, S., Soltani, M., & Abess, N. (2021). Utilisation des huiles essentielles dans la lutte contre les insectes des denrées stockées. Éditions Universitaires Européennes. ISBN: 978-620-3-42165-1.

Tine, S., Debab, A., Mesloub, A., Tine-Djebbar, F., & Soltani, N. (2023). Insecticidal efficacy and physiological effects of *Eucalyptus globulus* essential oil and its constituent 1,8-cineole against *Tribolium confusum*. Journal of Plant Diseases and Protection, 130(4), 769–780.

Tine-Djebbar, F., Trad, M., Tine, A.O., Tine, S., & Soltani, N. (2023). Effects of menthol on nutritional physiology and enzyme activities of the lesser grain borer *Rhyzopertha dominica*. Journal of Plant Diseases and Protection, 130(3), 509–518.

Tirakmet, S. (2015). Étude comparative de l'activité insecticide des huiles essentielles d'Astéracées et d'un pesticide de synthèse sur *Tribolium castaneum*. Thèse de doctorat, Université Mouloud Mammeri, 76 p.

Tiryaki, O., & Temur, C. (2010). The fate of pesticide in the environment. Journal of Biological and Environmental Sciences, 4(10).

Tohidpour, A., Sattari, M., Omidbaigi, R., Yadegar, A., & Nazemi, J. (2010). Antibacterial effect of essential oils against MRSA. Phytomedicine, 17(2), 142–145.

Tsiri, O., Kretsi, C.G., & Spyropoulos, C.G. (2003). Flavour and Fragrance Journal, 18(3), 244–247.

Turek, C., & Stintzing, F.C. (2013). Stability of essential oils: a review. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 12(1), 40–53.

Tyagi, A.K., & Malik, A. (2011). Antimicrobial potential and chemical composition of *Eucalyptus globulus* oil in liquid and vapour phase. Food Chemistry, 126(1), 228–235.

U

Ullah, F., Baloch, M., Ullah, S., Kabir, M., & Khan, N. H. (2022). Environmental and medicinal perspectives of eucalyptus. *Biomedical Letters*, 8(1), 41–49.

V

Vázquez, G., Santos, J., Freire, M.S., Antorrena, G., & González-Álvarez, J. (2012). Extraction of antioxidants from eucalyptus bark. *Wood Science and Technology*, 46(1), 443–457.

Vinutha, J.S., Bhagat, D., & Bakthavatsalam, N. (2013). Nanotechnology in pest management. *Journal of Academic and Industrial Research*, 1, 606–608.

W

Wang, C., Tai, X., Du, Z., & Liu, X. (2017). Physicochemical properties of avermectin microemulsion. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 38, 409–415.

Waongo, A., Yamkoulga, M., Dabir-Binso, C.L., Ba, M.N., & Sanon, A. (2013). Conservation post-récolte des céréales. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 7(3), 1157–1167.

Werdin-González, J.O., Murray, A.P., & Ferrero, A.A. (2008). Bioactividad de aceites esenciales de *Schinus molle*. *Boletín de Sanidad Vegetal Plagas*, 34, 367–375.

Winnacker, M. (2018). Pinenes as renewable building blocks. *Angewandte Chemie International Edition*, 57(44), 14362–14371.

Wink, M. (2018). Plant secondary metabolites and insect behavior. *Frontiers in Physiology*, 9, 364.

Winterbottom, D.C. (1922). Weevil in wheat and storage of grain in bags. Government Printer.

Wu, S., Yang, Y., Yuan, G., Campbell, P.M., Teese, M.G., Russell, R.J., Oakeshott, J.G., Wu, Y. (2011). Overexpressed esterases in a fenvalerate resistant strain of the cotton

bollworm, *Helicoverpa armigera*. Insect Biochemistry and Molecular Biology, 41(1):14-21.
<https://doi.org/10.1016/j.ibmb.2010.09.007>

2

Yang, F.L., Li, X.G., Zhu, F., & Lei, C.L. (2009). Nanoparticles loaded with garlic essential oil. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 57, 10156–10162.

Yıldırım, E., Emsen, B., & Kordalı, S. (2013). Insecticidal effects of monoterpenes. Journal of Applied Botany and Food Quality, 86, 198–204.

Yones, D.A., Bakir, H.Y., & Bayoumi, S.A. (2016). Chemical composition of plant oils against lice. Parasitology Research, 115(8), 3209–3218.

3

Zhao, T., Ma, C., & Zhu, G. (2021). Essential oils from *Kadsura coccinea*. Molecule, 26(20), 6002.

Zibaee, A., Sadeghi-Sefidmazgi, A., & Fazeli-Dinan, M. (2011). Properties of a lipase produced by *Beauveria bassiana*. Biocontrol Science and Technology, 21(3), 317–331.

ANNEXES

VIII. ANNEXES

PRODUCTION SCIENTIFIQUE

PUBLICATIONS INTERNATIONALES

ABES, I.F.Z., SOLTANI, M., TORCHANE, N., TINE, S., TINE-DJEBBAR, F. & SOLTANI, N. (2024). Insecticidal, physiological, and biochemical effects of *Schinus molle* essential oil on the adults of *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae). Journal of Essential Oil-Bearing Plants. 27(4): 1157–1174. <https://doi.org/10.1080/0972060X.2024.2383203>

ABES, I.F.Z., SOLTANI, M., AYAD, A.S., TINE, S., TINE-DJEBBAR, F. & SOLTANI, N. (2025). Fumigant toxicity of *Eucalyptus globulus* essential oil and its constituents against *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae) and their repellent and acetylcholinesterase inhibitory activity. Journal of Stored Products Research. 114: 102789.

SOLTANI, M., ABES, I.F.Z, DJABRI, M., MAHIEDDINE, R., SAADI, C., TINE-DJEBBAR, F., TINE, S. & SOLTANI, N. (2025). Effects of Monoterpenes on digestive enzymatic activities and some constituents involved in intermediary metabolism of *Trogoderma granarium* (Everts) (Coleoptera: Dermestidae). Natural Product Research. <https://doi.org/10.1080/14786419.2025.2507818>

SOLTANI, M., ABES, I.F.Z, PERINELLI, D.R., FERRATI, M., MERZOUGUI, A., DJABRI, M., MAHIEDDINE, R., SAADI, C., TINE-DJEBBAR, F., TINE, S. & SOLTANI, N. (2025). Comparative efficacy of five essential oils from local plants and their major constituents in controlling the stored wheat pest *Trogoderma granarium* Everts (Coleoptera: Dermestidae). Journal of Stored Products Research. 112: 102628. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2025.102628>.

TORCHANE, N., ABES, I. F. Z., SOLTANI, M., TINE-DJEBBAR, F., TINE, S., & SOLTANI, N. (2025). Chemical composition, insecticidal and insect repellent activity of *Schinus molle* leaf essential oil against *Tribolium confusum*, *Rhyzopertha dominica* and *Sitophilus granarius*. *Biosystems Diversity*. 33(2) : e2521-e2521.

TORCHANE, N., FARES, R., SOLTANI, M., ABES, I.F.Z., TINE-DJEBBAR, F. (2025). Biological activity of essential oil from leaves of false pepper (*Schinus molle* L.). *Journal of Entomological Research*. 49 (2): 337-342.
<https://doi.org/10.5958/0974-4576.2025.00052.5>

ABES, I.F.Z., SOLTANI, M., PERINELLI, D.R., BONACUCINA, G., TINE, S., TINE-DJEBBAR, F., & SOLTANI, N. Microemulsified *Eucalyptus globulus* essential oil and its isolated monoterpenes: investigation of their activity against a stored-product pest, *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae). *Sous presse*.

ABES, I.F.Z., SOLTANI, M., PERINELLI, D.R., BONACUCINA, G., TINE, S., TINE-DJEBBAR, F., & SOLTANI, N. Small Droplets, Big Impact: Comparative toxicity of pure and microemulsified *Eucalyptus globulus* oil against two major stored-product pests. *Sous presse*.

LIVRE

TINE, S., SOLTANI, M. & ABES I.F.Z. (2021). Lutte contre les ravageurs des stocks. Editions Universitaires Européennes. ISBN : 978-620-42165 -1

CHAPTER BOOK

ABES, I.F.Z., SOLTANI, M., TINE, S., TINE-DJEBBAR, F., PERRINELI, D.R. & SOLTANI, N. (2025). Nanotechnology of Essential Oils: An Effective Strategy for Sustainable Pest Management in Agriculture. *Earth Systems and Environment Journal Annual Meeting (ESEV-25)*. Article de conférence publié dans les actes du congrès, Springer (Article n° 192)

SOLTANI, M., ABES, I.F.Z., TINE-DJEBBAR, F., TINE, S., PERRINELI, D.R., & SOLTANI, N. (2025). Comparative efficacy of *Citrus aurantium* essential oil and its

major constituent in pure and encapsulated forms against medically significant species. Earth Systems and Environment Journal Annual Meeting (ESEV-25), 28–30 avril 2025, Türkiye. Article de conférence publié dans les actes du congrès, Springer (Article n° 197).

COMMUNICATIONS INTERNATIONALES

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE FOUZIA TINE-DJEBBAR & NOUREDDINE SOLTANI. Effect of the essential oil of *Schinus molle* L. against the small grain borer, *Rhyzopertha dominica* F. and its biological activities and energy reserves. Asses international Health, Engineering and Science Congress, 7-8 mai 2022, Turkiye. **Oral communication.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE FOUZIA TINE-DJEBBAR & NOUREDDINE SOLTANI. *Schinus molle* L. as a potential grain protectant against *Rhyzopertha dominica* (F.). The Euro-Mediterranean Conference for Environmental integration, 1-4 November 2022, Tunisia. **Oral communication.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR & NOUREDDINE SOLTANI. Toxicity and enzymatic biomarkers effect of the essential oil of *Schinus molle* L. against *Rhyzopertha dominica* F. 1re Conférence internationale sur la chimie appliquée et les énergies renouvelables (ACREIC 2022) 26–28 novembre 2022, en ligne (Google Meet), Tebessa. **Oral communication.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR & NOUREDDINE SOLTANI. The combined effect of two bioactive molecules against *Rhyzopertha dominica* (F.). The Euro-Mediterranean Conference for Environmental integration, 2-5 October 2023, Italy. **Oral communication.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR & NOUREDDINE SOLTANI. The effects of B-pinene against *Sitophilus granarius* (L. 1758). 1er Congrès scientifique international Tuniso-Algérien sur la valorisation des ressources naturelles et le biomonitoring, 1st SISTA-VRNB, 20–22 décembre 2023, Tunisie. **Oral communication.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR & NOUREDDINE SOLTANI. The effects of a bioactive molecule against *Sitophilus granarius* (L. 1758). 1er Congrès Scientifique International Tuniso-Algérien, Monastir, 20–22 décembre 2023, Tunisie. **Oral communication.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR, DIEGO ROMANO PERRINELI & NOUREDDINE SOLTANI. The effect of Nanoemulsion on *Rhyzopertha dominica* (F.). Energy Tech 2024, Amsterdam, 25–26 septembre 2024, Pays-Bas. **Oral communication.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR, DIEGO ROMANO PERRINELI & NOUREDDINE SOLTANI. Nanotechnology of Essential Oils: An Effective Strategy for Sustainable Pest Management in Agriculture. Earth Systems and Environment Journal Annual Meeting (ESEV-25), 28–30 avril 2025, Türkiye. **Oral communication.**

MERIEM SOLTANI, **IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI.** *Schinus molle* essential oil as a green insecticide and its effect on the lesser grain beetle borer, *Rhyzopertha dominica* (f.) (Coleoptera: Bostrichidae). Asses international Health, Engineering and Science Congress, 7-8 mai 2022, Turkiye. **Oral communication.**

MERIEM SOLTANI, **IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI.** Physiological and biochemical effects of *Schinus molle* essential oil on the lesser grain beetle borer, *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae) adults. The Euro-Mediterranean Conference for Environmental integration, 1-4 November 2022, Tunisia. **Oral communication.**

MERIEM SOLTANI, **IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI.** Effects of *Schinus molle* (Anacardiaceae) essential oil on mortality, physiology and digestive enzymes activity of *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae) adults. 1re Conférence internationale sur la chimie appliquée et les énergies renouvelables (ACREIC 2022) 26–28 novembre 2022, en ligne (Google Meet), Tebessa. **Oral communication.**

MERIEM SOLTANI, **IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES**, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Effects of a monoterpene on macromolecules and some components involved in intermediary metabolism of stored-product pest confused flour beetle, *Tribolium confusum* (Jacquelin du Val, 1868) (Coleoptera, Tenebrionidae). The Euro-Mediterranean Conference for Environmental integration, 2-5 October 2023, Italy. **Oral communication.**

MERIEM SOLTANI, **IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES**, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Carvone as wheat protectant and its effect on nutritional enzyme activities in Algerian strains of *Trogoderma granarium* Everts (Coleoptera: Dermestidae). 1er Congrès Scientifique International Tuniso-Algérien sur la Valorisation Des Ressources Naturelles et le Biomonitoring, 1st SISTA-VRNB, 20-22 décembre 2023, Tunisie. **Oral communication.**

MERIEM SOLTANI, **IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES**, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE, DIEGO ROMANO PERRINELI & NOUREDDINE SOLTANI. Microemulsions of *Mentha Spicata* Essential Oil and Its Major Component as Highly Effective Insecticides Against Species with Economic and Medical Interests. 9th European Congress on Advanced Nanotechnology and Nanomaterials held during June 24-25, 2024 at Amsterdam, Pays-Bas. **Oral communication.**

MERIEM SOLTANI, **IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES**, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE, DIEGO ROMANO PERRINELI & NOUREDDINE SOLTANI. Comparative Efficacy of Essential Oils and Their Components in Post-Harvest Wheat Protection against *Trogoderma granarium* (Everts) (Coleoptera: Dermestidae). Séminaire International sur l'Apiculture, les Plantes et les Technologies Innovantes, 27-28 novembre 2024, Algérie. **Oral communication.**

MERIEM SOLTANI, **IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES**, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE, DIEGO ROMANO PERRINELI ET NOUREDDINE SOLTANI. Comparative efficacy of *Citrus aurantium* essential oil and its major constituent in pure and encapsulated forms against medically significant species. Earth Systems and Environment Journal Annual Meeting (ESEV-25), 28-30 avril 2025, Türkiye. **Oral communication.**

COMMUNICATION NATIONALES

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR & NOUREDDINE SOLTANI. Etude de l'activité de l'huile essentielle extraite de *Schinus molle* à l'égard d'un ravageur des denrées stockées. Séminaire National : Environnement et Développement Durable des Écosystèmes (Gestion et valorisation) des Zones Semi Arides, 20 et 21 novembre 2022, Tébessa, Algérie. **Communication Orale.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR ET NOUREDDINE SOLTANI. Combined effects of β -pinene and comphor on *Rhyzopertha dominica* (F. 1792) (Coleoptera: Bostrichidae). National Doctoral Days “applied science and innovation”, 15-16 Novembre 2023, Annaba, Algeria. **Communication Orale.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR & NOUREDDINE SOLTANI. The effects of β -pinene on *Rhyzopertha dominica* (F. 1792) (Coleoptera: Bostrichidae). 1^{er} Séminaire National de Biodiversité, Risques Environnementaux et Santé Publique (SNBRESP 24), 23 Et 24 Avril 2024, El-Tarf, Algeria. **Communication Orale.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR & NOUREDDINE SOLTANI. Nanoemulsion Formulation of Botanical Oil as an Efficient Tool to Provide Sustainable Agricultural Pest. Second Doctoral Days of Applied Sciences & Innovation (and DD-ASI), 5-6 Novembre 2024, Annaba, Algeria. **Communication Orale.**

IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, MERIEM SOLTANI, SAMIR TINE, FOUZIA TINE-DJEBBAR, DIEGO ROMANO PERRINELI & NOUREDDINE SOLTANI. Les microémulsions comme un outil efficace pour une gestion durable des insectes des denrées stockées. 2^{ème} séminaire national de biodiversité, risques environnementaux et santé publique (SNBRESP 25), 23 et 24 février 2025, El-Tarf, Algeria. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Activité anti-appétante et effet biochimique du faux poivrier, *Schinus molle* sur les adultes de *Rhyzopertha dominica* (F. 1792) (Coleoptera: Bostrichidae). Séminaire National : Environnement et Développement Durable des Écosystèmes (Gestion et valorisation) des Zones Semi Arides, 20 et 21 novembre 2022, Tébessa, Algérie. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Effet insecticide et répulsif d'une huile essentielle extraite de *Schinus molle* sur un ravageur des denrées stockées, *Rhyzopertha dominica*. 1er Séminaire National sur L'Agriculture Durable et la Biodiversité, 11 et 12 Mai 2022 via Google meet, Skikda, Algérie. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Activite insecticide et neurotoxique d'une huile essentielle extraite de *schinus molle* à l'égard d'un ravageur des denrées stockées, *Rhyzopertha dominica*. Le Premier Séminaire National sur Les Huiles Essentielles et l'Aromathérapie (SNHEA 2022) (Hybride). Le 19 et 20 Septembre 2022, Khenchela, Algérie. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Monoterpenes as repellents and biofumigants in post-harvest food protection and infestation control. National Doctoral Days "Applied Science and Innovation", 15-16 Novembre 2023, Annaba, Algeria. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Effet insecticide et répulsif d'une huile essentielle extraite de *Schinus molle* sur un ravageur des denrées stockées, *Rhyzopertha dominica*. Le 2 ème Séminaire National en ligne sur Etat des lieux, conservation et possibilités de valorisation des ressources biologiques en Algérie (SNECPVRBA'23), 12-13 Avril 2023, Mila, Algérie. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. *Schinus molle* (Anacardiaceae) essential oil as prospective bioagents against two species of agricultural pest insects, *Rhyzopertha dominica* and *Sitophilus granarius*. Le séminaire national (en ligne) Toxicologie et Phyto-Aromathérapie organisé le 21 Février 2023, Relizane, Algérie. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. *Schinus molle* (Anacardiaceae) essential oil as a botanical insecticide and its effect on *Rhyzopertha dominica* F. Energy reserves and nucleic acids. Premier Séminaire National sur les Matériaux pour l'Environnement et Développement Durable (Webinaire) MEDD'23, tenu le 09 et 10 Mai 2023, Relizane, Algérie. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Monoterpenes as biofumigants, repellents and disruptors of *Trogoderma granarium* (Everts) (Coleoptera: Dermestidae) physiology. 1^{er} Séminaire National De Biodiversité, Risques Environnementaux et Santé Publique (SNBRESP 24), 23 Et 24 Avril 2024, El-Tarf, Algeria. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Insecticidal activity of *Mentha spicata* essential oil and its major constituents in their pure and encapsulated forms against species with medical interests. Second Doctoral Days of Applied Sciences & Innovation (and DD-ASI), 5-6 Novembre 2024, Annaba, Algeria. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Comparative assessment of five essential oils and their active components for post-harvest wheat protection against *Trogoderma granarium* (everts) infestation. 2^{ème} Séminaire National de Biodiversité, Risques Environnementaux et Santé Publique (SNBRESP 25), 23 et 24 février 2025, El-Tarf, Algeria. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Monoterpenes as biofumigants and repellents in post-harvest wheat protection from *Tribolium confusum* infestation. 1st National Seminar on Valorization of Natural and Residual Plant Biomass (SNVBNR-2024), 20-21 Avril 2024, El-Taref, Algérie. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Limonene as wheat protectant and its effect on nutritional physiology and enzyme activities of *Trogoderma granarium* everts (Coleoptera: Dermestidae). National Seminar on Bioindicators and Environmentat Health, 3 et 4 Mai 2024, El-Taref, Algérie. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Linalool as a wheat protectant, and its effect on biochemical composition and physiological parameters of *Tribolium confusum* (Jacquelin du val, 1868) (Coleoptera, Tenebrionidae). 3ème Colloque National de Lutte Biologique et Développement Durable dans les Ecosystèmes Naturels et Anthropisés, 29 Février 2024, Tissimsilt, Algérie. **Communication Orale.**

MERIEM SOLTANI, IBTISSEM FATMA ZAHRA ABES, FOUZIA TINE-DJEBBAR, SAMIR TINE & NOUREDDINE SOLTANI. Essential Oils and Their Active Components as Larvicides against *Culiseta longiarcolata*: A Comparative Study. 2ème Séminaire National Hybride sur : Biodiversité, Santé et Environnement : Enjeux du Développement Durable (SNHBSEEDD'2025), 21 Octobre 2025-Mila, Algérie. **Communication Orale.**

STAGE DE RECHERCHE

Stage à l'Université de Camerino, Département de pharmacie, Camerino, Italie. 02-30 Octobre 2023. La préparation de différentes formulations de microémulsions et de systèmes de nanoencapsulation a été réalisée en maîtrisant divers protocoles expérimentaux et équipements. Par ailleurs, l'analyse de la composition chimique des huiles essentielles a été effectuée par chromatographie en phase gazeuse couplée

à la spectrométrie de masse (GC-MS), permettant une caractérisation précise de leurs constituants.

Stage à l'Université de Camerino, Département de pharmacie, Camerino, Italie. 15 Septembre 2024 au 14 Octobre 2024. Optimisation des formulations a été réalisée par l'ajustement des ratios huile/surfactant/co-surfactant, accompagnée de l'étude de la stabilité physico-chimique des systèmes élaborés, notamment à travers la mesure de la conductivité et du pH. La caractérisation des systèmes encapsulés a inclus la détermination de la taille des gouttelettes et de l'indice de polydispersité par diffusion dynamique de la lumière (DLS), ainsi que l'évaluation du potentiel zêta, permettant d'apprécier la stabilité colloïdale des formulations.

Stage à l'Université de Camerino, Département de pharmacie, Camerino, Italie. 22 Septembre 2025 au 06 Octobre 2025. Analyse de la stabilité chimique et oxidative des huiles essentielles encapsulées et Suivi du vieillissement et de la coalescence des gouttelettes.

PROJET DE RECHERCHE

Membre dans un projet de recherche PRFU, intitulé "**Valorisation des Huiles essentielles de plantes aromatiques et médicinales locales dans le domaine agronomique et médical**"

Code : " D01N01UN120120220001" Sous la direction du Pr. Tine-Djebbar Fouzia.