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 Appliquée à la Santé

Thème

Activité biologique d'une huile essentielle extraite de *Cupressus sempervirens* L. 1753 contre *Trogoderma granarium* E. 1898 (Coleoptera : Dermestidae), insecte ravageur des stocks

Présentée par : M. MERZOUGUI Abdelkader

Membres de Jury :

Pr. TINE-DJEBBAR Fouzia	**U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi**	**Présidente**
Pr. TINE Samir	**U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi**	**Directeur de Thèse**
Dr. DJELLAB Sihem	**U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi**	**Examinatrice**
Pr. AYAD-LOUCIF Wahida	**U. Badji Mokhtar-Annaba**	**Examinatrice**

Année universitaire : 2024/2025

INTRODUCTION

I. INTRODUCTION

Le blé joue un rôle majeur dans les apports protéiques et caloriques de la population à l'échelle mondiale (Khalid et al., 2023). C'est la raison pour laquelle la conservation de ce dernier est indispensable pour la survie de millions d'individus (Mason et al., 2017). Au cours du stockage, les produits stockés sont attaqués par divers ravageurs (Foua-Bi, 1989).

En Afrique, les insectes de la famille des Coléoptères sont les principaux agents ravageurs qui attaquent les céréales, vu les conditions climatiques qui sont propices à leur pullulation. Les dégâts causés par ces derniers affectent la quantité et la qualité des denrées stockées (Mantzoukas et al., 2020). Les Coléoptères sont les insectes les plus destructeurs et les plus résistants, particulièrement ceux appartenant au genre Trogoderma (OEPP, 2013).

Trogoderma granarium Everts (Coleoptera : Dermestidae) est l'une des espèces de Coléoptères les plus envahissantes au monde (Naeem, 2016) et qui a reçu le statut d'organisme de quarantaine (OEPP, 1981). Il a une durée de vie longue dans les conditions difficiles et devient de plus en plus résistant aux insecticides chimiques conventionnels (Athanassiou et al., 2019). Les températures comprises entre 20 °C et 35 °C sont idéales pour le développement de *T. granarium* (Lindgren et al., 1955). Le temps écoulé entre l'œuf et le développement de l'adulte se situe entre 39 et 45 jours à 30°C et jusqu'à 220 jours à 21°C (OEPP, 2013). Les larves peuvent se transformer en pupes en seulement 15 jours à 35°C, et elles peuvent passer par 4 à 8 stades selon la température.

L'infestation par *T. granarium* affecte négativement la qualité et la valeur nutritive des grains de blé (Jood et al., 1993). Les grains entiers sont attaqués par les larves du quatrième stade ou plus de cette espèce (Dillon, 1968). Ces larves attaquent le point embryonnaire ou le péricarpe des grains ou des graines, ce qui provoque une perte du poids, particulièrement lorsqu'elles ne sont pas dérangées dans les céréales stockées. Les dommages peuvent également entraîner une réduction significative de la viabilité des graines (Athanassiou et al., 2019).

Pour éviter les pertes causées par ces infestations pendant le stockage, des pesticides chimiques comme la phosphine, la bifenthrine, la deltaméthrine et le chlorpyrifos sont utilisés par les producteurs depuis des décennies (Shah et al., 2020). Cependant, l'application

excessive de ces pesticides chimiques a entraîné de graves problèmes environnementaux dans le monde entier, tels que la résistance aux pesticides, la contamination des grains et des risques dangereux pour l'homme (Sarwar et al., 2009).

Les HEs sont des métabolites secondaires, pouvant aider les plantes à se défendre contre les insectes et les atteintes parasitaires (Regnault-Roger et al., 2012). Ces huiles ont présenté des propriétés répulsives, insecticides, anti-appétantes, ainsi que perturbateurs de croissance et de la reproduction (Abdel-Tawab, 2016 ; Karabörklü & Ayvaz, 2023). Elles peuvent jouer un rôle important dans la protection des cultures et des produits stockés (Abdel-Tawab, 2016).

Ces HEs possèdent plusieurs caractéristiques biochimiques et environnementales, ce qui en fait une alternative appropriée aux pesticides conventionnels pour lutter contre les insectes nuisibles (Ahmadi et al., 2022). Plusieurs études récentes réalisées au niveau de notre laboratoire, ont examiné le potentiel insecticide des HEs extraites de certaines plantes aromatiques et médicinales contre divers insectes ravageurs des produits stockés telles que : *Lavandula angustifolia* (Sayada et al., 2022) et *Schinus molle* (Abes et al., 2024) contre *Rhyzopertha dominica* ; *Citrus limonum* contre *S. granarius* (Guettal, 2021), et *Eucalyptus globulus* contre *Tribolium confusum* (Tine et al., 2024).

En continuité avec les études précédentes, notre thèse consiste à **1/** la détermination du profile chimique des huiles essentielles (HEs) de *Cupressus sempervirens* (cônes et feuilles), **2/** l'évaluation de l'activité répulsive et insecticide de ces HEs, **3/** l'évaluation de leurs effets sur l'émergence des adultes, le taux de germination des grains et les dommages occasionnés par *T. granarium*, **4/** l'évaluation de leurs effets sur le profile biochimique et les biomarqueurs chez cette espèce et **5/** la détermination du pouvoir anti-appétant de ces huiles et les effets induits sur les enzymes digestives.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

II. MATERIEL ET METHODES

2.1. Présentation de *Trogoderma granarium* Everts, 1898

Trogoderma granarium (Everts) (Coleoptera : Dermestidae) est l'insecte le plus destructeur des produits stockés (Ahmedani *et al.*, 2011). Il est caractérisé par sa capacité à résister plus longtemps à la famine et aux insecticides. A l'éclosion, la larve mesure entre 1,6 à 1,8 mm de long (Fig. 1). Ce coléoptère passe par 5 stades larvaires et la larve mature mesure environ 6 mm de long (Hadaway, 1956). Cet insecte nuisible représente une menace significative pour les produits stockés car il est capable de détruire totalement le stock de légumineuses ou de céréales pendant une courte période.



Figure 1. Larve de *Trogoderma granarium*
(Photo personnelle).

2.2. Collecte et élevage

Une fois les larves de *T. granarium* sont collectées au niveau de la région d'El Aouinet (CCLS) dans la wilaya de Tébessa. Un élevage de masse a été réalisé au niveau de notre Laboratoire de Recherche, Eau et Environnement à l'Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi, Tébessa, dans des boites en plastiques contenant 5 kg de blé. Cet élevage est maintenu à une HR (humidité relative) de 65 ± 5% et 27 ± 1° C de température. Au cours de tous les tests expérimentaux, les larves du dernier stade ont été utilisées.

2.3. Présentation de la plante, *Cupressus sempervirens* L., 1753

Le Cyprès est un arbre conifère à longue durée de vie, de type monoïque et thermophile, caractérisé par un tronc droit, une écorce fibreuse grise brunâtre striée verticalement, des rameaux écailleux bruns, une silhouette élancée et conique formant une colonne étroite, compacte et dense, atteignant en moyenne une hauteur de 20 à 30 mètres (Becker *et al.*, 1982) (Fig. 2). Le cyprès s'adapte aux sols et aux conditions climatiques les plus hostiles, ce qui en fait une ressource de reboisement particulièrement inestimable pour le Nord-Africain.



Figure 2. Arbre, feuilles et cônes de Cyprès (Photos personnelles).

2.4. Collecte et séchage du matériel végétal

Cupressus sempervirens (feuilles et cônes) est collecté au cours de la période qui s'étale de Décembre 2017- Février 2018, au niveau de la région de Ain Zaroug (Tébessa). Après rinçage des cônes et des feuilles, ils ont été séchés à l'air libre et à l'ombre pendant 10 jours, puis découpés en petits morceaux pour extraire les HEs.

2.5. Extraction des huiles essentielles

L'extraction des HEs est faite grâce à un dispositif d'hydrodistillation de type Clevenger (Fig. 3). Les petites pièces des cônes et des feuilles (100g) ont été ajoutées à 500 ml d'eau distillée, puis le mélange est tenu en ébullition pendant 2h à une température voisine de 100°C. Elles sont ensuite stockées à 4°C dans un flacon ambré.

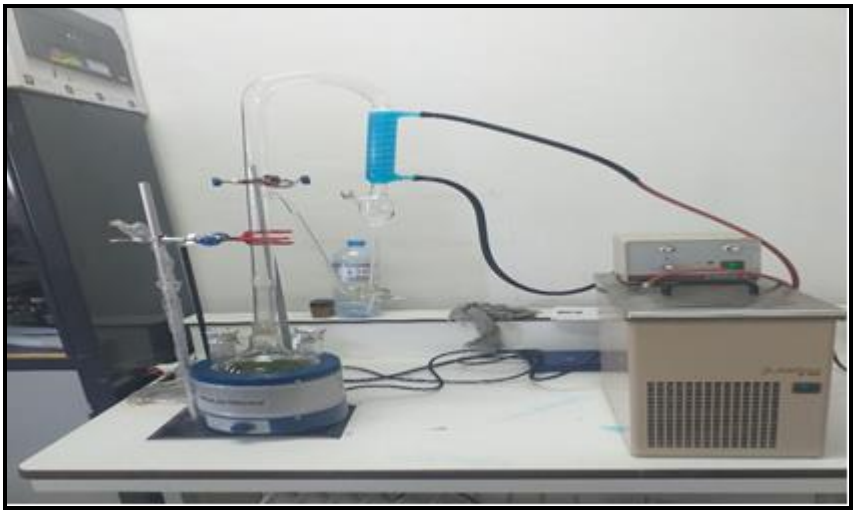


Figure 3. Hydrodistillateur de type Clevenger (Photo personnelle).

2.6. Analyse des HEs par CPG/SM

Cette technique est réalisée à l'aide d'un chromatographe (Hewlett Packard 6800 plus) associé à un spectromètre de masse (Fig. 4). La colonne capillaire est de type VB-5 et l'Hélium est le gaz vecteur utilisé dans la phase mobile, à un débit de 1 ml/min. Le four est maintenu à une température de 60ºC de manière isotherme pendant une durée de 8 minutes, puis augmente progressivement (2ºC par minute) jusqu'à 250ºC. Le spectre de masse et les indices de rétention permettent l'identification des constituants chimiques des HEs (Adams, 2001).



Figure 4. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG/SM) (Photo personnelle).

2.7. Traitement et bioessais

2.7.1. Toxicité par fumigation

Après un screening préalable, les HEs de *Cupressus sempervirens* (feuilles et cônes) ont été appliquées à différentes concentrations : 240, 210, 180, 150, et 120 µl/l d'air pour les feuilles et 30, 60, 90, 120 et 150 µl/l d'air pour les cônes, sur des disques de papier filtre (2 cm) (Fig. 5). Le traitement a été réalisé selon la méthode de Papachristos & Stampoulos (2004) dans des pots en plastique (60 ml) contenant 3g de blé sain (Fig. 5). Les individus qui ne reçoivent aucun traitement représentent la série témoin. Quatorze répétitions de 10 larves ont été réalisées pour chaque série. Le suivi des mortalités se fait à 24, 48 et 72 h et les résultats enregistrés sont corrigés (Abbott, 1925). Les valeurs des CL_{25} et CL_{50} (concentrations létales) sont calculées à l'aide d'un Logiciel GRAPH PAD PRISM7.



Figure 5. Test de toxicité par fumigation (Photo personnelle).

2.7.2. Toxicité par ingestion

Après un préalable screening, les huiles de *C. sempervirens* dissous dans l'acétone ont été appliquées à différentes concentrations pour les feuilles et les cônes (4, 8, 16 et 32 µl/ml) sur le blé sain (3g) dans des pots en plastique (Fig. 6). Le solvant a subi une évaporation totale pendant 15min et 10 larves de *T. granarium* sont introduites dans les pots. L'essai toxicologique a été conduit avec six répétitions pour chaque concentration appliquée. Les témoins sont traités exclusivement avec un solvant (acétone).

Les mortalités sont enregistrées à 12 h, 24 h et 48 h puis corrigées (Abbott, 1925). Les valeurs des CL_{25} et CL_{50} ont été calculées grâce à un Logiciel GRAPH PAD PRISM7.

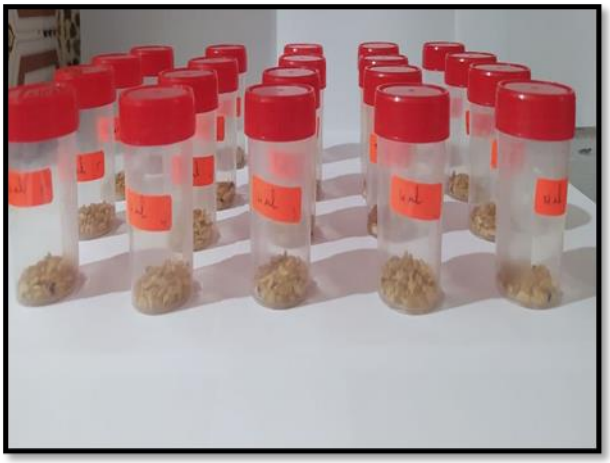


Figure 6. Test de Toxicité par ingestion (Photo personnelle).

2.8. Test de germination

Les HEs testées ont été appliquées par fumigation à différentes concentrations : 240, 210, 180, 150, et 120 µl/l d'air pour les feuilles et 150, 120, 90, 60, et 30 µl/l d'air pour les cônes. 10 larves de *T. granarium* ont été relâchées dans chaque pot en plastique contenant 30 graines de blé. Ce test a été réalisé en 11 répétitions et maintenu pendant 10 jours (Fig. 7).



Figure 7. Test de germination (Photo personnelle).

La viabilité des grains témoins et traites a été testée en utilisant des boîtes de Pétri stériles contenant une couche de coton. 10 ml d'eau distillée étaient utilisés pour humidifier les grains et le dispositif est placé sur la paillasse du laboratoire où il était exposé à la lumière. Après 10

jours, le taux de germination a été déterminé pour toutes les séries traitées et témoins selon la formule suivante (ISTA, 1985) :

Taux de germination (%) = (Nombre de grains germés /30) x 100

2.9. Test d'endommagement

Cinq concentrations pour chaque HE (120, 150, 180, 210 et 240 µl/l d'air pour les feuilles et 30, 60, 90, 120 et 150 pour les cônes) ont été appliquées par fumigation dans des pots en plastique (60 ml) contenant 10 g de blé et 10 larves. Le nombre de grains endommagés (grains avec des trous distinctifs) et de grains non endommagés dans les pots non traités et traités a été compté après 49 jours, comme décrit par Arannilewa *et al.* (2006) (Fig. 8). Le pourcentage de dégâts (PD) infligés par les larves a été calculé selon la technique décrite par Adedire & Ajayi (1996).

PD= (Nombre de grains perforés / Nombre total de grains) x 100

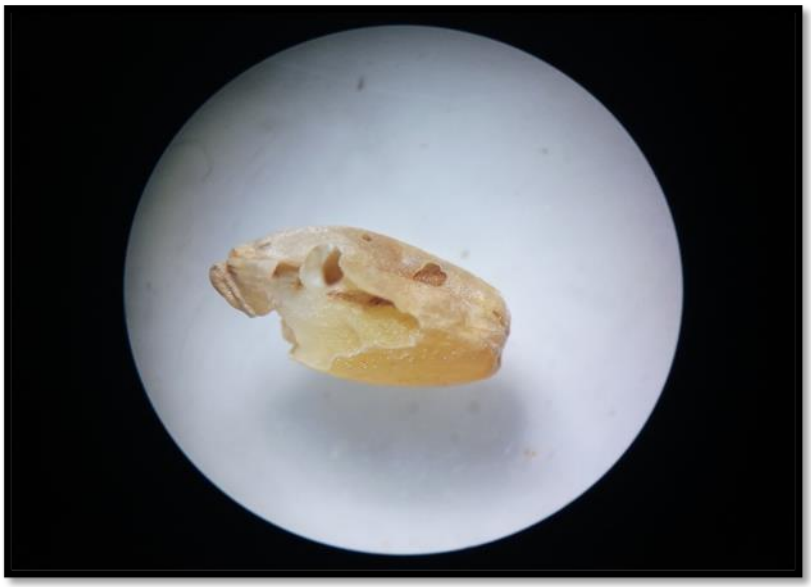


Figure 8. Test d'endommagement (Photo personnelle).

2.10. Test de répulsion

2.10.1. Test de répulsion sur papier filtre

L'activité répulsive a été étudiée en se basant sur la méthode de McDonald *et al.* (1970), dite la méthode de la zone préférentielle. Des cercles (9 cm de diamètre) de papier filtre sont coupés en deux demi-disques. Les concentrations de 20, 40, 80, 100, 200 et 400 µl/ml sont diluées dans de l'acétone. On applique 500µl du traitement sur une moitié du papier et 500µl du solvant sur l'autre moitié. Après séchage des deux demi-disques, le disque reconstitué est placé dans une boîte de pétri. Après le dépôt de dix larves au centre de chaque boite (Fig. 9) et après 10min, 20min et 30min, les larves sont comptées sur les demi-disques, témoin (N_T) et traité (N_{Tr}). Le pourcentage de répulsion (PR) est calculé comme suit :

$$\mathbf{PR\ (\%) = [(N_T - N_{Tr}) / (N_T + N_{Tr})] \times 100}$$

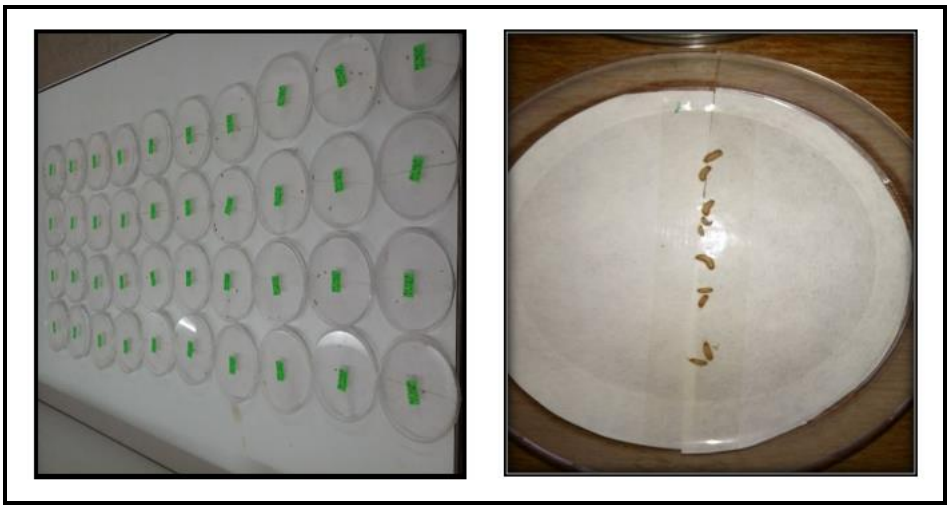


Figure 9. Test de répulsion (Photos personnelles).

2.10.2. Test de répulsion par Arena

Le test Arena consiste à utiliser un conteneur en acier (Ø 22 cm × 2.5 cm de hauteur) comportant deux trous opposés (Ø 2 cm). Un disque (Ø 1 cm) de papier filtre est suspendu au centre de chaque trou par un fil scotché à la surface inférieure de l'arène (Fig. 10).

Des flacons en verre (330 ml), destinés à collecter les insectes, ont été placés sous chaque trou. Vingt larves, laissées pendant au moins 4 heures sans nourriture, ont été placées sous

une boîte de Pétri inversée au centre de l'arène et laissées 30 minutes pour s'acclimater avant d'être relâchées. Pendant l'expérimentation, l'arène a été recouverte d'un couvercle en papier film pour empêcher les insectes de s'échapper. 10 µl de chaque concentration d'huile essentielle sont appliqués sur un disque de papier filtre et 10 µl d'acétone sont appliqués sur le disque de papier opposé comme témoin.

Dans une deuxième série d'expérience, les larves ont eu le choix entre l'odeur émise par les grains de blé (200 g) laissés seuls dans un flacon collecteur ou par une dose définie d'HE (10µl). Quatre concentrations de ces HEs de *C. sempervirens* ont été appliquées. Les tests ont duré 3 heures et ont été réalisés dans l'obscurité à 26 ± 2 °C. Huit répétitions ont été réalisées pour chaque série. L'indice de répulsion (IR) a été calculé selon la formule suivante :

$$RI = [(T - C) / Tot] \times 100$$

Où T : nombre de larves qui répondent au traitement,

C : nombre de larves qui s'orientent vers la partie témoin

Tot : nombre total des larves relâchées



Figure 10. Test de répulsion par Arena (Photos personnelles).

2.11. Détermination des indices nutritionnels

Les pastilles de farine sont préparées selon la méthode de Xie et al. (1996), en utilisant une suspension de farine de blé dans l'eau (10 g dans 50 ml). Les disques ont été laissés dans un incubateur à 30 ± 1°C pendant 24 h. Le poids des disques de farine varie de 35 à 39 mg. Les larves ont été affamées pendant 5h avant le test, afin d'exsuder le contenu intestinal (Fig. 11).

500 µL d'acétone (témoins) ou d'une solution d'HE (CL_{25} et CL_{50}) est réparti uniformément sur les disques de farine. Le solvant a été évaporé pendant 1 h, et deux disques du même traitement ont été placés dans chaque flacon (60ml). Les flacons contenant les disques ont été pesés et dix larves de *T. granarium* ont été ajoutées. Six répétitions ont été préparées pour chaque série traitée et témoin. Après 72 h, les disques de farine et les insectes vivants ont été à nouveau pesés et la survie des insectes a été enregistrée. Les indices nutritionnels ont été calculés selon la méthode de Huang *et al.* (2000).

Les indices nutritionnels ont été calculés comme décrit précédemment (Manuwoto & Scriber, 1982 ; Farrar *et al.,* 1989) avec quelques modifications (Huang *et al.,* 1997) :

RGR = (A-B) / (B × jours)

RGR : Taux de croissance relative.

A : Poids des larves vivantes au 3ème jour (mg) / Nombre de larves vivantes au 3ème jour.

B : Poids initial des larves (mg) / Nombre initial des larves.

RCR = D / (B × Day)

RCR : Taux de consommation relative.

D : Biomasse ingérée (mg) / le nombre de larves vivantes au 3ème jour.

ECI% = (RGR / RCR) × 100

ECI : efficacité de conversion des aliments ingérés.

FDI% = [(C-T)] / C

FDI : pouvoir anti appétant.

C : Poids des aliments consommés par les témoins (mg).

T : Poids des aliments consommés par les traités (mg).

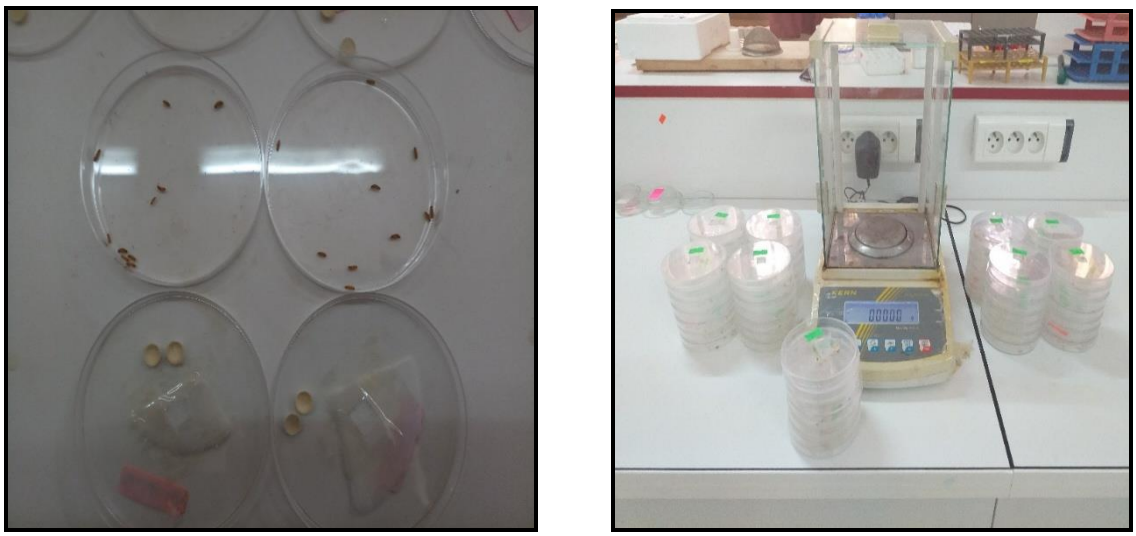


Figure 11. Protocole de détermination des indices nutritionnels (Photos personnelles).

2.12. Extraction et dosage des réserves biochimiques

L'extraction des lipides, glucides et protéines est faite sur la base du protocole de Shibko *et al.* (1966).

2.12.1. Dosage des protéines totales

Les protéines sont dosées selon Bradford (1976), en utilisant comme réactif le BBC (bleu de Coomassie brillant) et comme standard la BSA (albumine de sérum de bœuf). Les densités optiques sont lues à une longueur d'onde de 595 nm au spectrophotomètre.

2.12.2. Dosage des glucides totaux

Les glucides sont dosés selon Duchateau & Florkin (1959) qui consiste à utiliser comme réactif l'anthrone et comme standard le glucose. Les absorbances ont été lues à une longueur d'onde de 620 nm au spectrophotomètre.

2.12.3. Dosage des lipides totaux

Les lipides sont dosés selon Goldsworthy *et al.* (1972), en utilisant comme réactif l'acide sulfophosphovanillinique et comme standard l'huile de tournesol. La lecture des densités optiques est faite au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 530nm.

2.13. Extraction et dosage des acides nucléiques

L'extraction de l'ADN et l'ARN est réalisée selon Shibko *et al*. (1966).

2.13.1. Dosage de l'ADN

La quantité d'ADN est dosée selon Schneider (1957), en utilisant comme réactif la diphénylamine et comme standard le thymus de veau. Les densités optiques sont lues à une longueur d'onde de 602 nm.

2.13.2. Dosage de l'ARN

La quantité d'ARN est dosée selon Burton (1956), en utilisant comme réactif l'orcinol et comme standard la levure de boulanger. Les densités optiques sont lues à une longueur d'onde de 660 nm.

2.14. Dosage des biomarqueurs

2.14.1. Dosage de l'acétylcholinestérase

L'AChE est dosée selon Ellman *et al*. (1961). Les densités optiques sont lues à une longueur d'onde de 412 nm toutes les 4 mn pendant 20 minutes.

2.14.2. Dosage des glutathion S-transférases

Les GSTs sont dosées selon Habig *et al.* (1974). Les densités optiques sont lues à une longueur d'onde de 340nm toutes les 1 mn pendant 5 minutes.

2.14.3. Dosage du glutathion

Le dosage du GSH est réalisé selon le protocole de Weckbecker & Cory (1988). Les densités optiques sont lues à une longueur d'onde de 412 nm après un temps de repos de 5 minutes.

2.15. Dosage des enzymes digestives

Quatre enzymes digestives ont été dosées chez les larves de *T. granarium*, telles que la protéase, la lipase, l'α-amylase et la chitinase. Dix larves ont été homogénéisées dans 1 ml de tampon universel, puis l'homogénat a été soumis à une centrifugation à 13000 trs/min pendant

15 minutes. Le surnageant obtenu a été conservé en vue de son utilisation ultérieure comme source d'enzyme lors du dosage. Pour chaque série de dosage, trois répétitions ont été réalisées.

2.15.1. Dosage de l'amylase

L'α-amylase est dosée selon Bernfeld (1955), utilisant comme standard le maltose et comme réactif le DNS. Les densités optiques sont lues à 540 nm.

2.15.2. Dosage de la chitinase

La chitinase est dosée selon Miller (1959). Les densités optiques sont lues à 540 nm.

2.15.3. Dosage de la lipase

La lipase est dosée selon Tsujita et al. (1989), qui repose sur l'utilisation du pNPB (p-nitrophényl butyrate) en tant que substrat. Les densités optiques sont lues à une longueur d'onde de 405 nm.

2.15.4. Dosage de la protéase

La protéase est dosée selon Garcia-Carreno & Haard (1993), en utilisant comme substrat, la caséine. Les densités optiques sont lues à 280 nm.

2.16. Effet sur l'émergence

Dix larves ont été placées dans des boîtes de Pétri avec 5g de blé traité avec l'HE pure en appliquant les doses suivantes : 1µl, 2µl et 4µl par ingestion. L'ensemble est maintenu dans une étuve à 25°C. Le test est suivi jusqu'à l'émergence des adultes (Fig.12).



Figure 12. Test de l'émergence (Photo personnelle).

2.17. Analyses statistiques

Les résultats obtenus sont présentés sous forme de moyenne ± l'écart-moyen (SEM). ANOVA et le test *t* de student ont été appliqués. Le GRAPH PAD PRISM 7 est utilisé pour effectuer toutes les analyses statistiques.

RÉSULTATS

III. RESULTATS

3.1. Screening phytochimique

La composition phytochimique des cônes et des feuilles de *C. sempervirens* met en évidence la présence de certains métabolites secondaires tels que les leucoanthocyanes, les flavonoïdes, les saponines, les tanins galliques et les tanins catéchiques (Tableau 2).

Tableau 2. Détection des constituants phytochimiques dans les feuilles et les cônes de *Cupressus sempervirens*.

No	Métabolites secondaires	Feuilles	Cônes
1	Flavonoïdes	+	+
2	Leucoanthocyanes	+	+
3	Saponines	+	+
4	Tannins catéchiques	+	+
5	Tannins galliques	+	+

3.2. Rendement et composition chimique de l'HE de *C. sempervirens*

Le rendement des HEs extraites de *C. sempervirens* est de 0,15 % pour les cônes et de 0,21 % pour les feuilles.

La composition chimique des HEs des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* est présentée dans le tableau 3. La CPG/SM a révélé la présence de 74 composés pour les cônes et 82 composés pour les feuilles, avec 3 composants majoritaires : α-Pinène (33,65 % et 26,53 %), δ -3. -Carène (14,78 % et 19,48 %) et Terpinolène (4,25 % et 4,13 %) respectivement.

Tableau 3. Profil chimique des HEs des cônes et des feuilles de *C. sempervirens* : temps de rétention (TR), indice de rétention (KI) et concentrations des différents constituants (%).

N°	Composés	KI	TR (min)	Cônes (%)	Feuilles (%)
1	Tricyclène	926	6,80	1,378	2,015
2	α- Thujène	931	7,18	0,173	0,188
3	**α -Pinène**	**935**	**7,50**	**33,658**	**26, 535**
4	Camphène	945	8,34	1,811	1,828
5	Thuja-2,4(10) -diene	950	8,73	0,115	0,139
6	Verbenène	963	9,76	0,059	0,653
7	ß-Pinène	970	10,29	4,020	2,405
8	Myrcène	990	11,86	3,071	2,355
9	α-Phellandrène	1002	12,90	0,105	0,735
10	**δ-3-Carène**	**1007**	**13,50**	**14,781**	**19,480**
11	α- Terpinène	1014	14,21	0,440	0,193
12	para-Cymène	1021	15,03	0,330	0,162
13	D-Limonène	1028	15,77	2,712	2,717

14	(E) - ß-Ocimène	1049	18,18	0,090	0,240
15	γ- Terpinène	1056	18,87	0,786	0,427
16	**Terpinolène**	**1093**	**21,90**	**4,255**	4,136
17	Camphenone	1084	22, 05	0,084	0,021
18	trans-Sabinène hydrate	1091	22,80	0,039	0,014
19	Linalool	1097	23,46	0,017	0,092
20	endo-Fenchol	1106	24,23	0,051	0,014
21	cis-p-Menth-2-en-1-ol	1115	24,87	0,013	0,040
22	α- Campholenal	1119	25,14	0,089	0,320
23	trans-p-Mentha-2,8-diene-1-ol	1125	25,57	0,016	ND
24	Trans-Pinocarvéol	1132	26, 07	1,393	0,700
25	Camphre	1136	26,37	0,201	0,109
26	trans-Verbenol	1139	26, 59	0,077	0,150
27	trans Verbenol	1142	26,81	0,270	0,454
28	trans-Pinocamphone	1157	27,91	0,030	0,041
29	Borneol	1168	28,70	0,540	0,163
30	p-Mentha-1,5-diene-8-ol	1172	28,96	0,353	0,515
31	Terpinène-4-ol	1182	29,69	2,597	1,110
32	α-Terpinéol	1189	30,35	1,272	0,789
33	p-Cymène-8-ol	1192	30,66	0,135	0,150
34	Myrtenal	1197	30,86	0,094	0,163
35	Verbénone	1207	31,59	0,453	0,463
36	trans-Piperitol	1214	32,26	0,074	ND
37	iso-Dihydrocarveol	1220	32,80	0,014	ND
38	trans-Carveol	1224	33,18	0,109	0,138
39	cis-Carveol	1228	33,51	0,017	ND
40	cis- p-Mentha-1(7),8-diene-2-ol	1229	33,61	0,023	ND
41	Cumin aldéhyde	1238	34,40	0,045	0,012
42	Carvone	1243	34, 90	0,019	0,042
43	Carvacrol methyl ether	1246	35,12	0,041	0,204
44	Piperitone	1253	35,78	0,011	ND
45	Acétate de Linalyle	1260	36,40	ND	0,027
46	α-Terpinen-7-al	1274	37,66	0,028	0,024
47	Acétate de Bornyle	1280	38,20	0,933	0,158
48	Acétate de Lavandulyle	1287	38,92	ND	0,144
49	2-Undecanone	1289	39,07	0,061	ND
50	3-Thujanol-acetate	1290	39,16	0,200	ND
51	Carvacrol	1299	39,93	0,012	0,078
52	p-Mentha-1,4-diene-7-ol	1324	41,27	0,018	ND
53	Propionate de Linalyle	1339	42,02	1,377	1,012
54	α- Acétate de Terpényle	1347	42,40	4,189	3,755
55	α- Cubebène	1352	42,67	0,908	0,092
56	α- Copaène	1378	43,98	0,152	0,055
57	ß- Elemène	1398	45,00	ND	0,024
58	Longifolène	1405	45, 51	0,320	0,014
59	α- Cedrène	1411	46,06	0,258	0,285
60	(E)- Caryophyllène	1418	46,60	0,384	0,445
61	ß- Copaène	1425	47,20	0.053	0,064
62	cis-Muurola-3,5-diene	1439	48,41	0,049	0,138
63	ß- humulène	1443	48,75	0,271	0,424

64	trans-Muurola-3,5-diene	1450	49,38	0,206	0,342
65	cis-Cadina-1(6),4-diene	1464	50,57	3,132	3,227
66	cis-Muurola-4(14),5-diene	1470	51,08	0,031	0,047
67	γ- Gurjunène	1474	51,46	0,091	0,139
68	γ- Muurolène	1477	51,71	0,024	ND
69	α- Amorphène	1480	51,91	0,185	0,234
70	Germacrène D	1484	52,25	0,040	0,373
71	δ-Selinène	1489	52,71	0,108	0,064
72	α-Muurolène	1495	53,20	0,347	0,865
73	cis-Cadina-1,4-diene	1499	53,60	0,020	0,037
74	γ-Cadinène	1508	53,96	0,028	0,065
75	α- Cadinène	1534	55,00	0,054	0,254
76	Spathulénol	1569	56,36	0,070	0,170
77	Caryophyllène oxyde	1570	56,75	0,123	0,223
78	Gleenol	1575	57,00	0,067	0,114
79	**Cédrol**	1595	57,37	2,939	**5,497**
80	Humulène epoxyde ll	1606	57,89	0,053	0,209
81	10-epi-γ-Eudesmol	1613	58,27	0,033	0,379
82	α-Acorenol	1626	59,00	0,097	0,172
83	Muurolol	1643	59,95	0,344	0,439
84	Cubenol	1648	60,21	0,082	0,200
85	α-Cadinol	1656	60,63	0,309	0,648

ND : Non disponible

3.3. Essais toxicologiques

3.3.1. Toxicité des huiles essentielles par fumigation

L'application de l'HE des feuilles de *C. sempervirens* induit une mortalité des larves de *T. granarium* avec un taux de 23% pour la dose 120µl/l d'air jusqu'à 95% pour la dose 240 µl/l d'air (Fig. 13). Ces taux augmentent significativement en fonction des concentrations appliquées ($F_{4,45}$ =141,1 ; p<0,0001). Aucune mortalité n'a été observée dans les séries témoins.

Par ailleurs, l'HE des cônes de *C. sempervirens* a induit une toxicité contre les larves qui augmente de 30% pour la dose 30µl/l d'air jusqu'à 97% pour la dose 150µl/l d'air (Fig.13). Cette augmentation est en fonction des concentrations appliquées ($F_{4, 45}$ =122,2 ; p<0,0001).
Les concentrations sont classées en 4 groupes de moyennes et cela pour l'huile des cônes et l'huile des feuilles.
Les concentrations létales 25 et 50 (Tableau 4) sont déterminées selon les courbes représentées dans la Figure 14. On remarque que l'huile des cônes est plus toxique que l'huile des feuilles contre les larves de *T. granarium*.

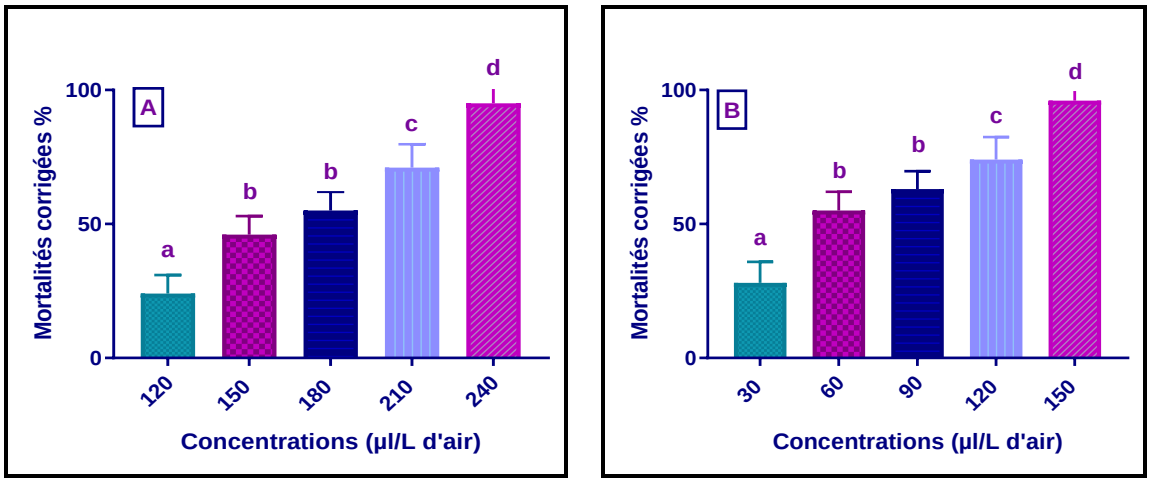


Figure 13. Toxicité des HEs (µl/l d'air) des feuilles **(A)** et des cônes **(B)** de *C. sempervirens* appliquées sur les larves de *T. granarium* : Mortalité corrigée (%) (m ± SEM, n=10 répétitions de 10 larves chacune) : test HSD de Tukey.

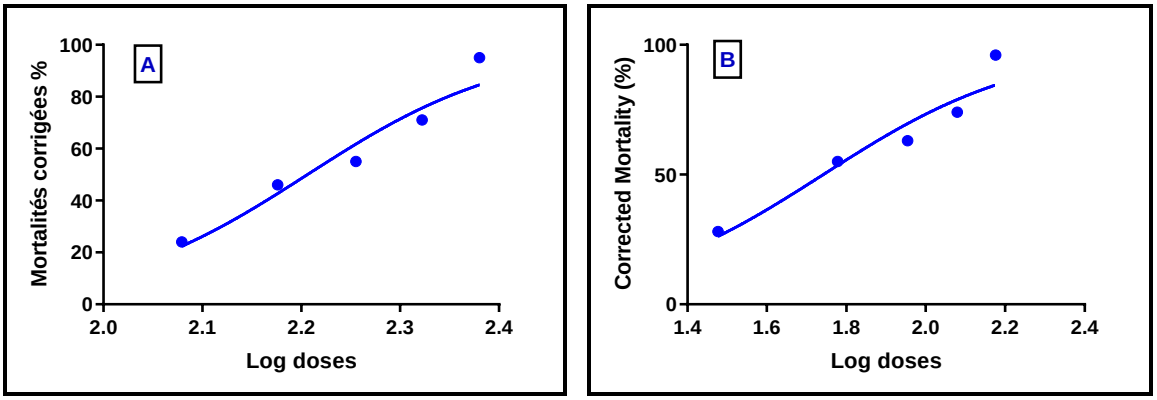


Figure 14. Effet des HEs (µl/l d'air) des feuilles **(A)** et des cônes **(B)** de *C. sempervirens* appliquées par fumigation sur les larves de *T. granarium* : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.

Tableau 4. Concentrations létales (µl/litre d'air) des HEs des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* appliquées par fumigation contre les larves de *T. granarium*.

Partie de la plante	HillSlope	R^2	Concentrations (µl/litre d'air)		
			CL_{25} (95% IC)	CL_{50} (95% IC)	CL_{90} (95% IC)
Cônes	1,69	0,91	**28,91** (7,14 - 50,08)	**55,21** (30,51 - 78,12)	**201,30** (109,30 - 900,70)
Feuilles	4,24	0,93	**124,10** (82,45 - 150,60)	**160,80** (134,70 - 183,50)	**269,80** (210,80 - 466,70)

3.3.2. Toxicité des huiles essentielles par contact

Les HEs des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* induisent une toxicité contre les larves de *T. granarium* avec des taux qui varient de 18% et 48% pour la dose la 4µl/l d'air jusqu'à 98% pour la dose 32µl/l d'air respectivement (Fig.15). Ces mortalités augmentent significativement en fonction des concentrations appliquées sur *T. granarium* et cela pour les huiles des feuilles ($F_{3,20}$=136,8 ; p<0,0001) et des cônes ($F_{3,\ 20}$ =76,98 ; p<0,0001). Aucune mortalité n'a été observée dans les séries témoins positifs (acétone).

Quatre groupes de moyennes sont constatés après classement des concentrations appliquées aussi bien pour l'huile des feuilles que l'huile des cônes.

Les concentrations létales 25 et 50 (Tableau 5) sont estimées sur la base des courbes dose-réponse (Fig. 16). De plus, on constate que l'HE des cônes a un potentiel toxique plus important que l'huile des feuilles contre les larves de *T. granarium*.

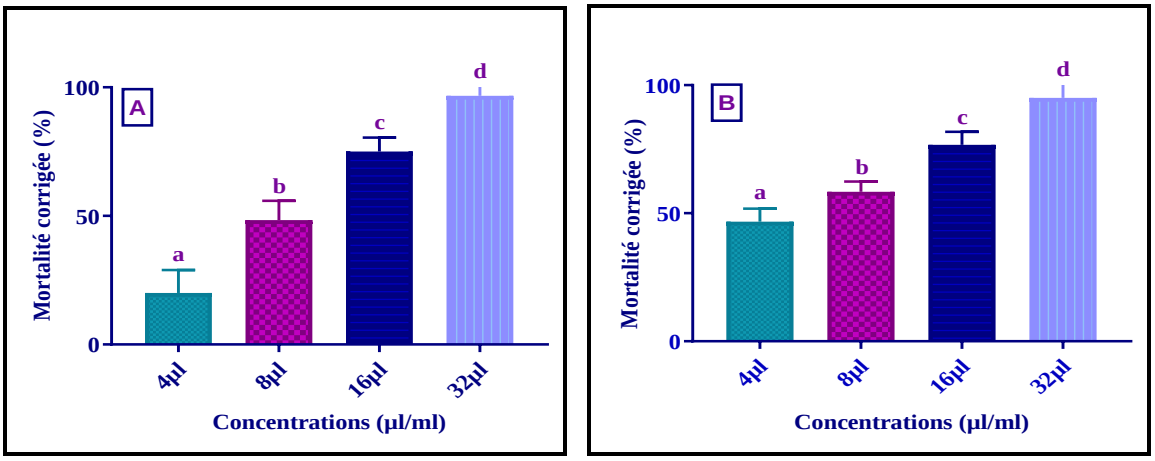


Figure 15. Toxicité des HEs (µl/ml) des feuilles **(A)** et des cônes **(B)** de *C. sempervirens* appliquées par contact sur les larves de *T. granarium* : Mortalité corrigée (%) (m ± SEM, n=10 répétitions de 10 individus chacune) : test HSD de Tukey.

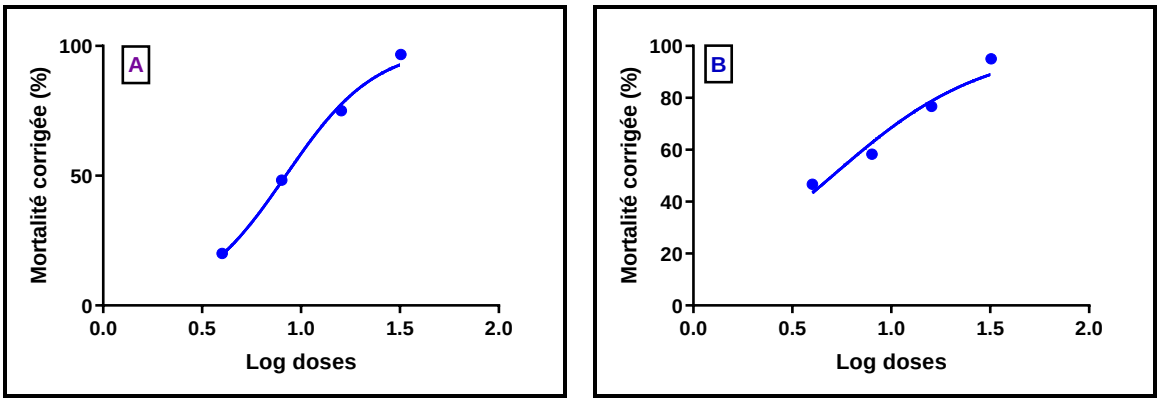


Figure 16. Effet des HEs (µl/ml) des feuilles **(A)** et des cônes **(B)** de *C. sempervirens* appliquées par contact sur les larves de *T. granarium* : Courbe dose-réponse exprimant le pourcentage de mortalité corrigée en fonction du logarithme des doses.

Tableau 5. Concentrations létales (µl/ml) des HEs des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* appliquées par contact contre les larves de *T. granarium*.

Partie de la plante	HillSlope	R^2	Concentrations (µl/litre d'air)		
			CL_{25} (95% IC)	CL_{50} (95% IC)	CL_{90} (95% IC)
Cônes	1,13	0,94	**1,92** (0,02 - 4,46)	**5,05** (0,69 - 8,78)	**34,92** (12,22 - 146)
Feuilles	1,91	0,99	**4,71** (3,20 - 6,26)	**8,37** (6,71 - 10,34)	**26,41** (17,26 - 46,16)

3.4. Effet répulsif des huiles essentielles

Une augmentation du pouvoir répulsif des huiles testées a été constatée contre les larves de Trogoderma et cela avec l'augmentation des concentrations appliquées et la durée d'exposition (Tableau 6). Une supériorité des valeurs de cette activité a été signalée par l'application de l'huile des cônes. Ces deux huiles appartiennent toutes deux à la classe de répulsion V.

Tableau 6. Activité répulsive (%) des HEs des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* contre les larves de *T. granarium* à différents temps d'exposition.

Concentrations	Temps	Feuilles		Cônes	
		PR (%)	Classe	PR (%)	Classe
10µl/ml	10min	5	Très faible répulsion	5	Très faible répulsion
	20min	5	Très faible répulsion	10	Très faible répulsion
	30min	15	Très faible répulsion	15	Très faible répulsion
30µl/ml	10min	20	Très faible répulsion	20	Très faible répulsion
	20min	25	Faible répulsion	35	Faible répulsion
	30min	25	Faible répulsion	40	Faible répulsion
60µl/ml	10min	25	Faible répulsion	50	Modérément répulsif
	20min	40	Faible répulsion	55	Modérément répulsif

	30min	50	Modérément répulsif	55	Modérément répulsif
90µl/ml	10min	50	Modérément répulsif	75	Répulsif
	20min	70	Répulsif	75	Répulsif
	30min	85	Très répulsif	85	Très répulsif

Dans les essais biologiques comportementaux en arène, l'augmentation des concentrations des HEs a entraîné une réduction significative du nombre d'insectes dans le traitement et une augmentation significative du nombre d'insectes dans le contrôle, à la fois en l'absence et en présence d'odeurs de grains de blé. Dans les deux séries d'expériences, les IR moyens étaient négatifs à toutes les doses testées, indiquant une répulsion réelle (Tableau 7).

Tableau 7. Réponses comportementales des adultes de *T. granarium* à des doses croissantes des HEs de *C. sempervirens* seules et en présence d'odeurs émises par 200 g de grains de blé dans des essais biologiques à deux choix.

Stimulus	Indice de répulsion	
Acétone	Feuilles	Cônes
D1	-15,00 ± 7,50	-25,00 ± 7,50
D2	-37,00 ± 13,12	-42,50 ± 8,75
D3	-67,50 ± 12,50	-70,00 ± 10,00
D4	-87,50 ± 7,50	-90,00 ± 10,00
Blé	Feuilles	Cônes
D1	-25,00 ± 7,50	-30,00 ± 10,00
D2	-37,50 ± 13,12	-60,00 ± 10,00
D3	-75,00 ± 11,25	-77,50 ± 13,12
D4	-85,00 ± 15,00	-95,00 ± 7,50

3.5. Effet des HEs sur les biomarqueurs

Concernant l'AChE, les résultats ont révélé une diminution significative ($F_{4,10}$ =12,60 : p=0,0006) chez les larves traitées avec les HEs des feuilles et des cônes par rapport aux témoins. Aucun effet n'a été signalé chez les traités avec la faible concentration de l'HE des feuilles (Témoins vs FCL_{25} : p>0,05) (Tableau 8).

Le traitement par les HEs des feuilles et des cônes provoque une augmentation de l'activité spécifique des GSTs avec la plus forte concentration (CL_{50}) (Témoins vs FCL_{50} : p=0,049 ; Témoins vs CCL_{50} : p=0,0008) (Tableau 8).

L'application des HEs des feuilles et des cônes induit une diminution significative du glutathion ($F_{4, 10}$ =65,50 : p<0,0001) chez les larves traitées par rapport aux témoins. De plus,

on remarque que l'huile des cônes perturbe le plus ces biomarqueurs comparativement à l'huile des feuilles (Tableau 8).

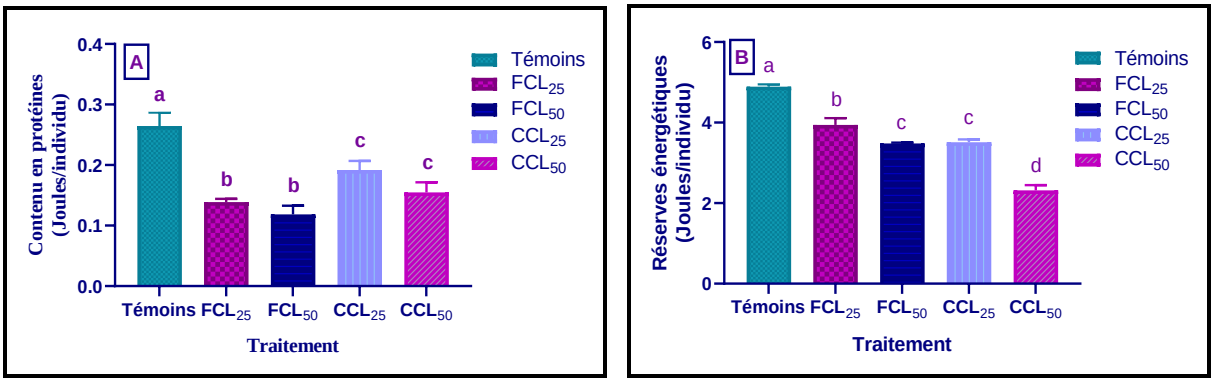
Tableau 8. Effets des HEs de *C. sempervirens* sur les biomarqueurs chez les larves de *T. granarium* (m ± SEM ; n=3 répétitions comportant chacune 10 larves).

Concentrations	AChE	GST	GSH
Témoins	60,99 ± 1,63 a	18,59 ± 0,86 a	46,66 ± 2,87 a
FCL_{25}	57,28 ± 1,11 a	20,86 ± 0,49 a	31,37 ± 0,60 b
FCL_{50}	52,84 ± 1,96 b	23,96 ± 0,42 b	24,28 ± 2,64 c
CCL_{25}	50,99 ± 1,80 b	22,51 ± 0,48 a	19,05 ± 1,11 c
CCL_{50}	48,34 ± 2,32 b	28,66 ± 2,90 b	17,64 ± 0,53 c
P	0,0006	0,0012	<0,0001
F	12,60	10,79	65,50
df	4	4	4

3.6. Effet des HEs sur la composition biochimique

Concernant le contenu en protéines, les résultats ont mis en évidence une diminution significative ($F_{4, 10}$ =40,28 : p<0,0001) chez les larves traitées par les huiles des feuilles et des cônes comparativement aux témoins. De plus, aucun effet dose (p>0,05) n'a été signalé pour les deux HEs. L'HE des feuilles affecte le plus ce contenu par rapport à l'huile des cônes.

Les résultats représentés dans la Figure 17 révèlent une diminution significative ($F_{4, 10}$ =240 : p<0,0001) des réserves énergétiques chez les traités avec les deux HEs, avec un effet dose pour les feuilles (FCL_{25} vs FCL_{50} : p=0,0022) et les cônes (CCL_{25} vs CCL_{50} : p<0,0001). On remarque également que l'huile des cônes a plus d'effet sur ces réserves comparativement à l'huile des feuilles. Finalement, le traitement appliqué sur les *T. granarium* a provoqué une augmentation significative ($F_{3,8}$ =121,5 : p<0,0001) de l'indice d'épuisement avec l'augmentation des concentrations appliquées. On remarque également que l'HE des cônes a plus d'effet sur cet indice par rapport à l'huile des feuilles.



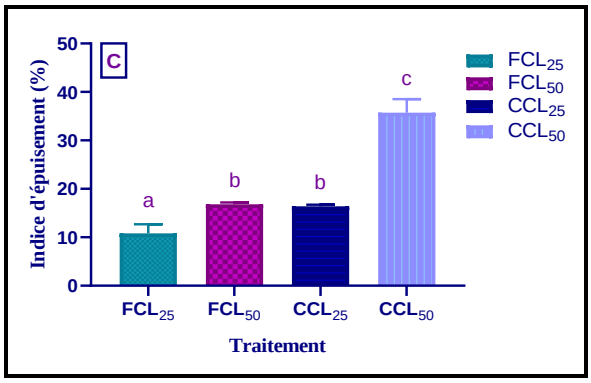


Figure 17. Effet des HEs de *C. sempervirens* (CL_{25} et CL_{50}) appliquées par contact sur le contenu en protéines (joules/individu) **(A)**, sur les réserves énergétiques (joules/individu) **(B)** et sur l'indice d'épuisement (%) **(C)** chez les larves de *T. granarium* (m ± SEM, n=3 répétitions comportant chacune 10 larves) : test HSD de Tukey.

3.7. Effet des HEs sur les acides nucléiques

Les résultats mentionnés dans la Figure 18, révèlent une diminution significative du taux d'ADN chez les larves traitées avec les HEs testées et les concentrations appliquées ($F_{4,\ 10}$ =396,1 : p<0,0001). Un effet dose a été signalé chez les feuilles (CL_{25} vs CL_{50} : p<0,0001) et les cônes (CL_{25} vs CL_{50} : p<0,0001). On note également un effet plus marqué des cônes par rapport aux feuilles.

Par ailleurs, ce traitement induit une diminution significative du taux d'ARN pour les deux huiles appliquées ($F_{4,\ 10}$ =88,85 : p=0,0049) avec un effet dose pour les feuilles (CL_{25} vs CL_{50} : p=0,0197) et les cônes (CL_{25} vs CL_{50} : p=0,0120). De plus, on remarque un effet comparable des deux huiles essentielles (feuilles et cônes) (FCL_{25} vs CCL_{25} et FCL_{50} vs CCL_{50} : p>0,05).

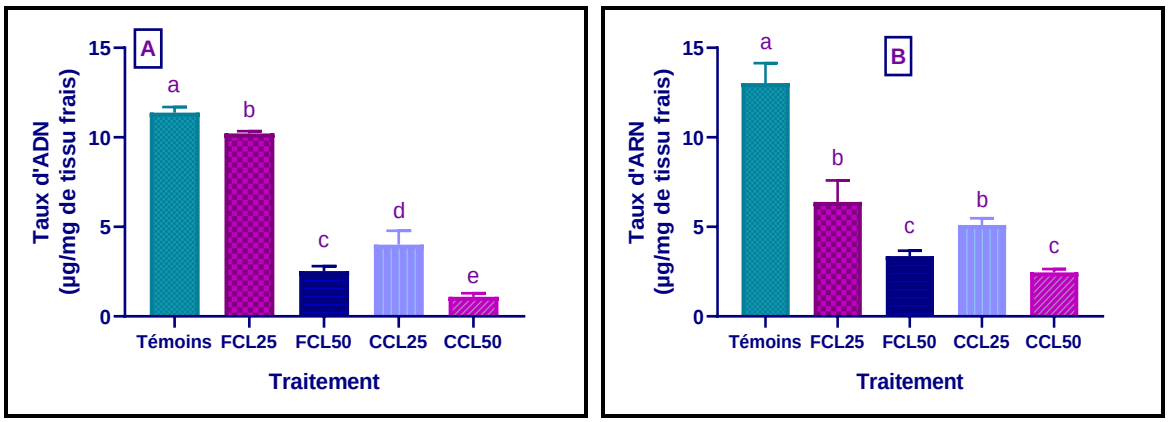


Figure 18. Effet des HEs (CL_{25} et CL_{50}) extraites des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* sur le taux des acides nucléiques, ADN **(A)** et ARN **(B)** (µg/mg de tissu) chez les larves de *T.*

granarium à 72h après traitement (m ± SEM ; n=3 répétitions contenant chacune 10 larves) : Test HSD de Tukey.

3.8. Effet des HEs sur les indices nutritionnels

Le taux de la croissance relative (RGR) est inversement proportionnel aux concentrations d'HEs appliquées, il est significativement réduit après traitement ($F_{4,45}$ =9,998 : p<0,0001) par rapport aux témoins. Des effets similaires sont signalés chez les larves traitées par les HEs testées et les concentrations appliquées (FCL vs CCL et CL_{25} vs CL_{50} : p>0,05) (Tableau 9).

Concernant le taux de consommation relative (RCR), l'application des HEs des feuilles et des cônes induit une diminution significative ($F_{4, 45}$ =21,25 : p<0,0001) de cet indice chez les traités par rapport aux témoins. Aucune différence n'a été constaté entre les larves traités par les huiles testées et les concentrations appliquées (FCL vs CCL et CL_{25} vs CL_{50} : p>0,05).

Les résultats de l'efficacité de la conversion des aliments ingérés (ECI) révèlent une diminution significative suite au traitement avec les deux concentrations appliquées de l'huile des cônes (T vs CCL_{25} : p=0,0198 et T vs CCL_{50} : p= 0,0139). Aucun effet n'a été signalé après traitement avec l'huile des feuilles (p>0,05).
Cependant, les huiles des feuilles et des cônes induisent une augmentation du pouvoir anti appétant ($F_{3,36}$ =5,89 : p=0,0022) avec un effet comparable des concentrations appliquées des deux huiles (FCL_{25} vs CCL_{25} et FCL_{50} vs CCL_{50} : p>0,05).

Enfin, une diminution significative de la quantité de nourriture ingérée (QNI) a été enregistrée chez les traités avec les huiles des feuilles et des cônes ($F_{4, 45}$ =54,39 : p<0,0001) avec un effet dose (FCL_{25} vs FCL_{50} : p=0,0001 et CCL_{25} vs CCL_{50} : p=0,0169).

Tableau 9. Effets des HEs de *C. sempervirens* sur les indices nutritionnels chez les larves de *T. granarium* (m ± SEM ; n=10 répétitions comportant chacune 10 larves).

Concentrations	TCR	TSR	ECI	IAA	QNI
	(mg/mg/h)			(%)	
Témoins	0,015 ± 0,007a	1,48 ± 0,23a	1,04 ± 0,42a	-	5,35 ± 0,54a
FCL_{25}	0,005 ± 0,003b	0,90 ± 0,08b	0,64 ± 0,45a	33,41 ± 5,86a	3,52 ± 0,14b
FCL_{50}	0,003 ± 0,000b	0,72 ± 0,16b	0,49 ± 0,16a	53,87 ± 8,16b	2,44 ± 0,38c
CCL_{25}	0,003 ± 0,000b	0,91 ± 0,24b	0,38 ± 0,09b	43,26 ± 12,51a	2,97 ± 0,55b
CCL_{50}	0,002± 0,000b	0,74 ± 0,01b	0,35 ± 0,00b	46,95 ± 5,29b	2,80 ± 0,04c
P	<0,0001	<0,0001	0,0106	0,0022	<0,0001
F	9,99	21,25	3,72	5,89	54,39
df	4	4	4	3	4

TCR : Taux de croissance relative ; **TSR :** Taux de consommation relative ; **ECI :** Efficacité de la conversion des aliments ingérés ; **IAA :** Indice anti-appétant ; **QNI :** Quantité de nourriture ingérée ; Des lettres différentes

dans la même colonne indiquent une différence (P < 0,05) entre les traitements selon ANOVA et le test HSD de Tukey.

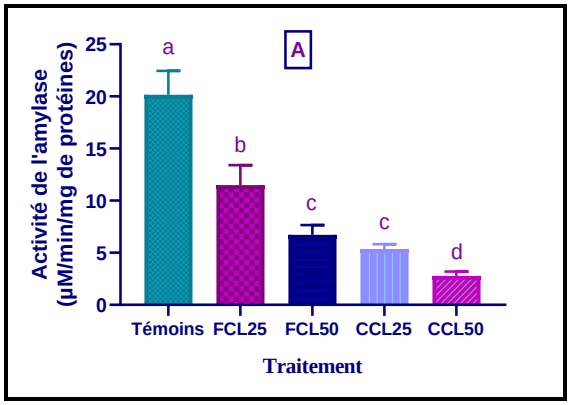
3.9. Effet des HEs sur les enzymes digestives

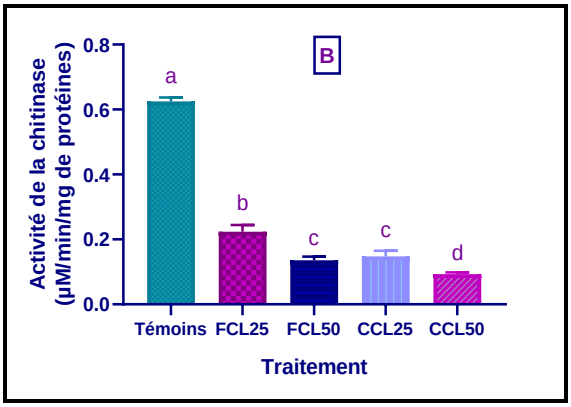
Les résultats du dosage montrent une diminution significative de l'activité de l'α-amylase chez les larves traitées par les HEs des feuilles et des cônes ($F_{4,10}$= 68,20 : p<0,0001) avec un effet dose seulement pour les feuilles (CL_{25} vs CL_{50} : p=0,0153) (Fig. 19A).

L'application des huiles induit une diminution significative de la chitinase chez les traités (feuilles et graines) par les deux concentrations appliquées ($F_{4,10}$= 699,9 : p<0,0001), avec un effet dose pour les feuilles (CL_{25} vs CL_{50} : p=0,0001) et les cônes (CL_{25} vs CL_{50} : p=0,0057) (Fig. 19B).

Les résultats du dosage de la lipase révèlent une diminution après traitement avec les deux huiles ($F_{4,10}$= 51,50 : p<0,0001), avec un effet dose seulement pour les feuilles (CL_{25} vs CL_{50} : p=0,0014) (Fig. 19C).

Enfin, l'application des HEs provoque une diminution significative de la lipase chez les traités avec les deux huiles ($F_{4,10}$= 64,40 : p<0,0001) et avec un effet dose pour les feuilles (CL_{25} vs CL_{50} : p=0,0028) et les cônes (CL_{25} vs CL_{50} : p=0,0225). De plus, on note des effets comparables de ces deux huiles (Fig. 19D).





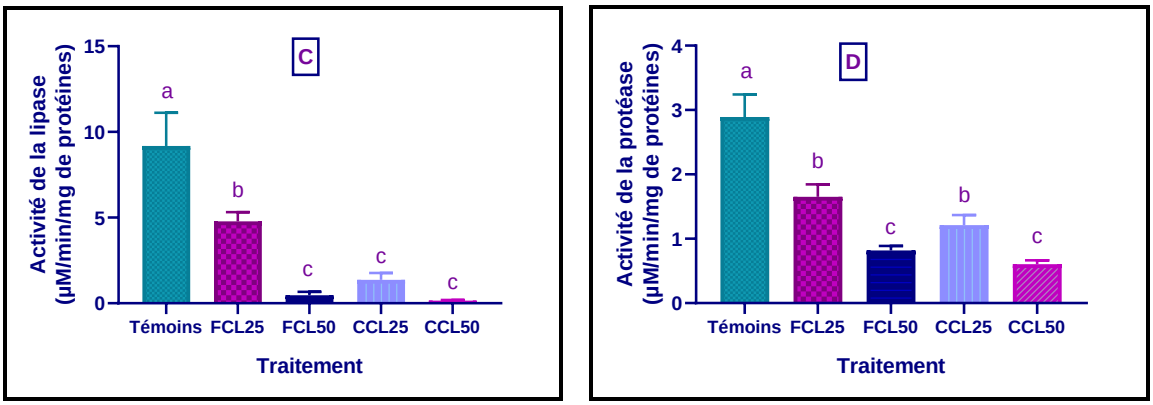


Figure 19. Effet des HEs de *C. sempervirens*, appliquées sur les larves de *T. granarium* sur l'activité de l'α-amylase **(A)**, la chitinase **(B)**, la lipase **(C)** et la protéase **(D)**, (m ± SEM ; n = 3 répétitions comportant chacune 10 larves). Différentes lettres indiquent une différence significative entre les séries témoins et les séries traitées (p<0,01).

3.10. Effet des HEs sur l'émergence des adultes

Les doses les plus élevées des deux HEs (feuilles et graines) ont provoqué une inhibition de 66,94 % et 40,83 %, respectivement. Avec une augmentation des concentrations des huiles testées, moins d'adultes ont émergé. On note également un effet dose de l'huile des feuilles sur le taux d'émergence et le taux d'inhibition (CL_{25} vs CL_{50} : p = 0,0006). De plus, on constate que cette huile (feuilles) a plus d'effet sur ce paramètre que l'huile des cônes (le tableau 10).

Tableau 10. Pourcentage d'inhibition de l'émergence de *T. granarium* sur des grains de blé traités avec les HEs des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* (%) (moyenne ± SEM ; n = 6 répétitions contenant chacune 10 larves).

Traitement	Feuilles		Cônes	
	Emergence	% d'inhibition	Emergence	% d'inhibition
Témoins	9,75 ± 0,37^{a}	00,00 ± 0,00^{a}	9,75 ± 0,37^{a}	00,00 ± 0,00^{a}
CL_{25}	7,25 ± 0,75^{b}	25,27 ± 7,77^{b}	6,75 ± 0,75^{b}	30,83 ± 4,66^{b}
CL_{50}	3,25 ± 0,87^{c}	66,94 ± 6,77^{c}	5,75 ± 0,37^{b}	40,83 ± 3,66^{b}
$F_{(2,9)}$	46,91***	46,19***	36,71***	46,6***

*Les moyennes ± SEM dans la même colonne pour la même HE, suivies de la même lettre ne diffèrent pas significativement au niveau de P = 0,05 (test de Tukey). Chaque valeur représente la moyenne de 6 répétitions de 10 larves. *** : très hautement significatif (P<0,001)*

3.11. Effet des HEs sur le taux de germination des graines

Les résultats représentés sur la Figure 20 montrent une augmentation significative du taux de germination en fonction des concentrations appliquées aussi bien pour les feuilles ($F_{5,264}$ =168,9: p<0,0001) que pour les cônes ($F_{5,264}$ =161,8 : p<0,0001). Les fortes concentrations des HEs des feuilles (240µl) et des cônes (150µl) ont provoqué une germination des graines

de 99 %. Le classement des concentrations a révélé la présence de six groupes pour les feuilles et 4 groupes pour les cônes.

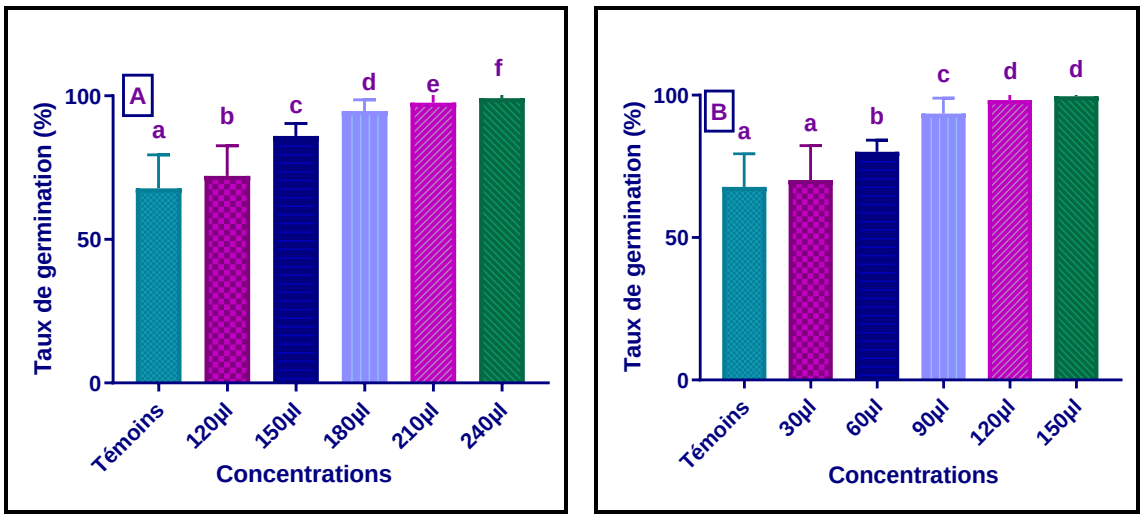


Figure 20. Effet des HEs des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* sur le taux de germination des graines (%) (moyenne ± SEM ; n = 11 répétitions contenant chacune 30 graines).

3.12. Effet des HEs sur le taux d'endommagement des graines

Les résultats du taux d'endommagement des graines causés par les larves de *T. granarium* sont représentés sur les Figures 21A et B, où on note une diminution du taux d'endommagement avec l'augmentation des concentrations des huiles extraites des feuilles ($F_{5,60}$ = 248,5 : P <0,0001) et des cônes ($F_{5,60}$=296 : P<0,0001) par rapport aux témoins qui marquent un taux d'endommagement de 51,51 ± 4,40 %.

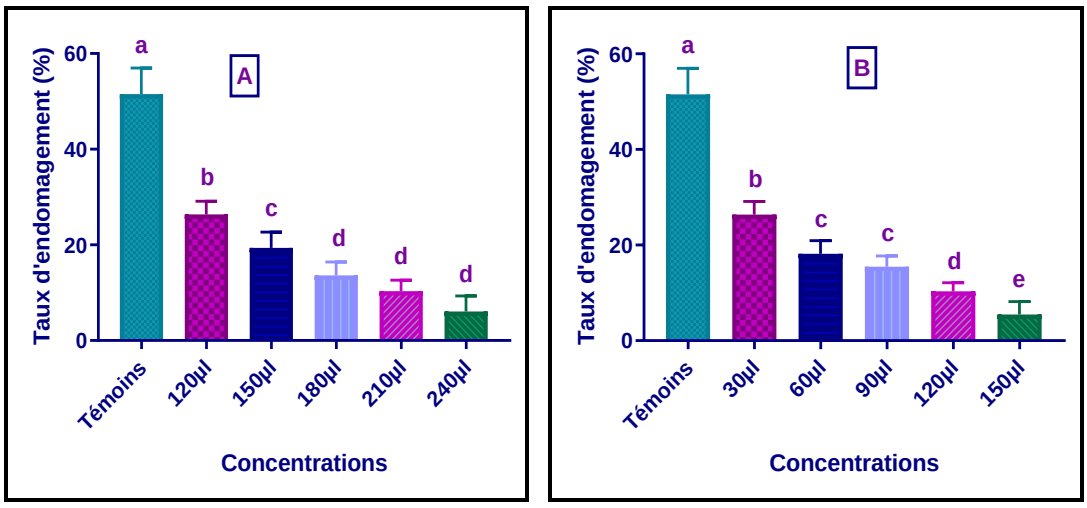


Figure 21. Effet des HEs des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* sur le taux d'endommagement des graines (%) (m ± SEM ; n = 11 répétitions contenant chacune 30 graines).

DISCUSSION

IV. DISCUSSION

4.1. Rendement en huile essentielle

Le rendement des HEs de *C. sempervirens* marque un taux de 0,21 % pour les feuilles et de 0,15 % pour les graines. On note une variation de ce rendement d'une région à une autre en Algérie, il est de 0,26% chez *C. sempervirens* collectée dans la région de Tlemcen (Mazari *et al.,* 2010) et de 0,32% dans la région de Blida (Amara & Bougherara, 2017) et 0,01% dans la région de l'Aurès (Hamza *et al.,* 2019). Cependant, le rendement chez la même espèce varie d'une région à une autre dans le monde, il est de 1% pour la plante cultivée au Cameroun (Tapondjou *et al.,* 2005), de 2,6% en Arabie saoudite (Selim *et al.,* 2014), de 0,5% au Pakistan (Mahmood *et al.,* 2013) et de 0,72-1,36% en Tunisie (Hosni *et al.,* 2019). Plusieurs travaux ont montré que le rendement en HE chez le genre *Cupressus* varie d'une espèce à une autre et d'une variété à une autre. Il est de 1,30 ; 0,74 ; 2,7 et 2,25 % pour *C. arizonica* (Tehran), *C. sempervirens var. stricta* (Chalus), *C. sempervirens var. horizontalis* (Chalus), *C. sempervirens var. horizontalis* (Tehran), respectivement (Labbafi *et al.,* 2021).

Les conditions environnementales influencent ce rendement pour la même espèce étudiée, le même génotype et pour le même stade de développement (Bakkali *et al*., 2008 ; Aprotosoaie *et al*., 2010) ainsi que l'origine géographique de la plante (Mohammedi, 2011).

4.2. Composition chimique des huiles essentielles

La détermination du profil chimique de l'HE de *C. sempervirens* a mis en évidence 82 constituants pour les feuilles et 74 constituants pour les cônes, avec 3 composants principaux : α-Pinène (33,65 % et 26,53 %), Z-3-Carène (14,78 % et 19,48 %) et Terpinolène (4,25 % et 4,13 %) respectivement. Nos résultats sont conformes à ceux publiés dans la littérature. L'HE de *C. sempervirens* collecté à Blida contient 21 composés où l'α-Pinène était le composé majoritaire (41,07%), suivi de δ-3-Carène (16,52%) et de Terpinolène (7,10%) (Amara & Bougherara 2017). Cependant, l'HE de *C. sempervirens* du Cameroun contient du 3-carène (25,91 %) et de l'α-pinène (17,59 %) comme constituants les plus abondants (Langsi *et al.,* 2018). Une composition chimique similaire a été identifiée par Ismail *et al.* (2013) avec le δ-3-Carène (5,8 à 13,2 %), l'α-Cédrol (7,7 à 19,3 %) et l'α-Pinène (27,5 à 35,8 %) comme composants majeurs. Mazari *et al.* (2010) ont constaté que l'α-Pinène est le constituant principal (60,5 %), suivi de Cédrol (8,3 %). Chez la même espèce, Tognolini *et al*. (2006) ont démontré que le composant principal de l'HE des feuilles est l'α-Pinène, mais avec une faible teneur (26,4 %) par rapport à celle obtenue dans notre étude. Les travaux de Tapondjou *et al.* (2005) ont montré que l'α-Pinène (9,9%), le Terpinen-4-ol (11,2%) et le Sabinène

(14,8%) représentent les trois composés majeurs de l'huile de *C. sempervirens.* 20 composés de l'HE de *C. sempervirens* collecté en Arabie Saoudite ont été déterminés avec comme composés majeurs ; l'α-Pinène (48,6 %) ; δ-3-Carène (22,1 %) et Limonène (4,6 %) (Selim *et al.,* 2014). Les travaux de Akermi *et al.* (2022) et Boukhris *et al.* (2013) ont montré que l'α-Pinène (38,47 et 37,14%) et le δ-3-Carène (25,14 et 19.67%) sont les constituants majeurs de l'HE de *C. sempervirens* collecté en Tunisie. En effet, Emami *et al.* (2004) ont retrouvé les mêmes constituants déterminés avec une variation des quantités de δ-Carène (24 %) et d'α-Pinène (30 %). De plus, Labbafi *et al.* (2021) ont montré que l'α-Pinène et le δ-2-Carène sont les constituants majoritaires de toutes les espèces de Cupressus. En revanche, les huiles des feuilles collectées de l'Egypte contiennent du p-Cymène (9,4 %) comme composant principal, tandis que la teneur en Limonène, α-Pinène et Myrcène sont inférieures à 5 % (Dalia et al., 2016). L'huile extraite des feuilles d'origine costaricaine contenait de l'α-Pinène (22,7 %) et du β-Pinène (31,1 %) comme principaux composants (Diaz *et al.,* 2008). Les huiles des fruits cultivés en Syrie présentaient l'α-Phellandrène (24,8 %), le β-Pinène (14,7 %) et le β-Phellandrène (11 %) comme composants principaux (Ibrahim & Al-naser, 2014). L'huile des feuilles collectées d'Uruguay contenait du bicyclogermacrène (29,2 %) comme composant principal (Carmen *et al.,* 2011). L'origine géographique de la plante peut expliquer cette différence de teneur en substances volatiles (Langsi *et al.,* 2018). Les HEs de différentes parties de *C. sempervirens* (feuilles, cônes et fruits) ont été analysées et les résultats ont révélé des différences dans la composition de ces huiles (Krishnaveni *et al.,* 2013). Les parties d'une même plante ne produisent pas toutes les mêmes constituants car elles ne contiennent pas le même équipement enzymatique (Singh *et al*., 2010). La production des terpènes est limitée à certains organes comme les feuilles (Mc Conkey *et al*., 2000), les racines (Chen *et al*., 2004) ou les pétales des fleurs (Bergougnoux *et al*., 2007).

Les variations de la composition chimique de l'HE sur le plan qualitatif et quantitatif peuvent être dues à des facteurs bioclimatiques, bioclimatiques, génétiques, géographiques et conditions de collecte et stockage de la plante (Hussain *et al.,* 2008 ; Anwar *et al.,* 2009).

4.3. Toxicité des huiles essentielles

L'efficacité des HEs est influencée par divers facteurs, notamment les facteurs climatiques, l'origine géographique, les caractéristiques génétiques, le stade de développement des plantes (Teles *et al*. 2013 ; Labbafi *et al.,* 2021). Selon Nurulain *et al.* (2015), l'inhalation d'huile essentielle provoque un effet neurotoxique via l'inhibition de l'acétylcholinestérase (AChE), et

elle affecte également le système respiratoire, la production d'énergie et la bicouche lipidique de la membrane cellulaire, augmentant sa toxicité contre les insectes (Santos *et al.*, 2013).

Nos résultats ont montré un potentiel larvicide des HEs de *C. sempervirens* (cônes et feuilles), une efficacité du Cupressus appliqué par contact et une toxicité élevée des cônes par rapport aux feuilles contre les larves de *T. granarium*. Cela pourrait laisser penser que ces métabolites ont tendance à affecter les insectes principalement par contact, probablement en raison de leur faible volatilité (Dambolena *et al.,* 2016). Il existe une relation significative entre les composants de chaque huile essentielle et ses activités insecticides, qui sont généralement attribuées à l'effet du composé majoritaire (Labbafi et al., 2021). Ces résultats sont conformes à ceux rapportées dans d'autres études. L'étude menée par Labbafi *et al.* (2021) a montré que l'application des HEs de *C. sempervirens var. stricta, C. sempervirens* (France) et *C. arizonica* induit une mortalité très importante chez *S. oryzae*. Cependant, les taux les plus faibles (31 et 63%) sont signalés après traitement avec *C. sempervirens* iranien avec les doses 286 µl/l d'air et 357 µl/l d'air respectivement (Labbafi *et al.,* 2021). Ainsi, la dose la plus élevée de *C. sempervirens* a provoqué une mortalité de plus de 54 %, après 24 heures d'exposition chez *Sitophilus zeamais* (Langsi *et al.,* 2018). Habibi-Ghozloo *et al.* (2012) ont testé les HEs de *Pinus eldarica* et *C. arizonica* sur *Ephestia kuehniella* et ont constaté que *C. arizonica* avait une toxicité plus faible (CL_{50} de 38,06 µl/L) que l'huile de pin de Téhéran (CL_{50} de 3,11 µl/l). De plus, les résultats de Patiño-Bayona *et al.* (2021) ont révélé le potentiel toxique de l'huile de *C. sempervirens* appliquée par contact ou par fumigation contre *Sitophilus zeamais*. Cependant, l'HE de *C. sempervirens* collecté à Bizerte a révélé une activité insecticide contre *Tribolium castaneum* avec une CL_{50} de 164,3 µl/l d'air après 24 h d'exposition comparativement à l'huile de Ben-Arous et Nabeul (Sriti *et al.,* 2024). Cette huile a également montré une activité insecticide relativement forte contre *Oxycarenus lavaterae* (Hemiptera : Lygaeidae), car avec une concentration de 50 % le taux de mortalité est de 100 % (Galovičová *et al.,* 2023). Les résultats de Tapondjou *et al.* (2005) ont montré que L'huile d'*Eucalyptus saligna* était plus toxique que l'huile de *C. sempervirens* contre *Sitophilus zeamais* et *Tribolium confusum* avec une DL_{50} de 0,36 µl/cm^2 et 0,48 µl/cm^2 respetivement. Plusieurs études ont montré l'activité larvicide de l'huile de *C. sempervirens* contre les moustiques (Drapeau *et al.,* 2009 ; Giatropoulos *et al.,* 2013).

4.4. Activité répulsive des HEs

La répulsion est un processus physiologique assuré par les plantes pour se défendre contre les insectes nuisibles (Adjou *et al*., 2019) et qui peut servir à combattre les dommages causés par ces derniers. Les huiles essentielles volatiles ont été largement utilisées dans le stockage traditionnel des céréales après récolte en raison de leur efficacité comme répulsif contre les ravageurs (Mishra *et al.,* 2012). Elles agissent en créant une barrière qui empêche les insectes de toucher la surface de l'hôte (Sendi & Ebadollahi, 2013). Plusieurs facteurs influencent le potentiel répulsif de ces huiles à savoir leur profile chimique et la sensibilité de l'insecte (Casida, 1990).

Nos résultats ont montré que l'activité répulsive des HEs de *C. sempervirens* contre *T. granarium* est étroitement liée aux concentrations appliquées et à la durée d'exposition. Cependant, l'HE des cônes était plus répulsive que l'HE des feuilles à toutes les doses testées. Les propriétés répulsives de *C. sempervirens* étaient précédemment signalées comme étant plus fortes que celles du cymol contre *Sitophilus zeamais* et *Tribolium confusum* (Tapondjou *et al.,* 2005). Selon Labbafi *et al.* (2021), l'HE de *C. sempervirens* (France) a présenté l'activité répulsive la plus élevée (80,61 %) même à de faibles concentrations par rapport à d'autres huiles essentielles. Les travaux de Ncibi *et al.* (2019) ont montré une forte activité répulsive de l'HE de *C. sempervirens* contre *T. castaneum* et *R. dominica* par rapport aux autres huiles testées. Par ailleurs, l'HE de cette même plante, sa nanoémulsion et ses terpènes présentaient chacun des activités à la fois insecticides et répulsives contre le charançon du riz, *Sitophilus oryzae* (Almadiy *et al.,* 2023).

De plus, il a été rapporté que l'HE de *C. sempervirens* présente des bioactivités toxiques et répulsives contre *S. zeamais* et *T. confusum* (Tapondjou *et al.,* 2005) ; un potentiel répulsif remarquable contre *Cydia pomonella* ; et toxicité modérée et activité répulsive contre les moustiques (Drapeau *et al.,* 2009 ; Giatropoulos *et al.,* 2013). La bioactivité répulsive de l'HE de cyprès contre *T. granarium* était conforme aux études réalisées sur les huiles végétales contre *S. oryzae* (Fouad *et al.,* 2021 ; Bincy *et al.,* 2022).

Plusieurs facteurs influencent le potentiel répulsif des produits d'origine végétale contre les insectes nuisibles, tels que la nature de ces produits ; le système respiratoire sur lequel agissent les substances bioactives végétales, et les récepteurs olfactifs de l'insecte qui ont une influence majeure (Moore, 2014). La nature hautement volatile des HEs joue un rôle majeur

dans ce phénomène, car elles peuvent être inhalées, ingérées ou facilement absorbées par la cuticule de l'insecte (Regnault-Roger, 1997 ; Nerio *et al.,* 2010).

4.5. Effet des HEs sur les biomarqueurs

4.5.1. Effet sur l'activité spécifique de l'AChE

L'AChE est un biomarqueur de neurotoxicité fréquemment utilisé pour détecter une exposition aux insecticides anticholinestérasiques (Matozzo *et al*., 2005). En cas de blocage de cette enzyme, la membrane post-synaptique reste excitée (Haubruge & Amichot, 1998). L'accumulation de l'acétylcholine dans le synapse et l'excitation permanente du système nerveux provoquent une hyperexcitabilité, et une paralysie, qui entraînent la mort des insectes (Rajashekar *et al.,* 2014 ; Jankowska *et al.,* 2018).

Une inhibition de l'activité de l'AChE a été constatée chez *T. granarium* exposé aux HEs de *C. sempervirens.* Des résultats similaires ont été trouvés après traitement de *C. maculatus* avec *L. dentata* et *M. longifolia* (Al-Sarar *et al.,* 2014), chez *T. castaneum* traité à l'extrait de *Limoniastrum guyonianum* (Acheuk *et al*., 2017), chez *Periplaneta americana* et *Sitophilus oryzae* exposés à l'huile de *Colocasia esculenta* (Singh *et al*., 2017), chez *Helicoverpa armigera* exposée à l'huile de *Melaleuca alternifolia* (Liao *et al*., 2017), chez *S. zeamais* et *S. oryzae* traités avec *Cuminum cyminum* et *Piper nigrum* (Chaubey, 2011 ; 2017), chez *R. dominica* exposé à l'huile de *L. angustifolia* (Sayada *et al.,* 2021) et chez *S. oryzae* exposé à l'huile de *C. sempervirens*, sa nanoémulsion et ses constituants majoritaires (Almadiy *et al.,* 2023).

En tant que mélanges, la toxicité des HEs n'est pas encore entièrement comprise. Néanmoins, l'action rapide de ces produits contre certains ravageurs est une preuve majeure d'une activité neurotoxique, attribuée à l'inhibition de l'AChE (Isman, 2020 ; Chaudhari et al., 2021 ; Nenaah et al., 2022). L'activité anti-cholinestérase de certains constituants dépend de la sensibilité du site actif hydrophobe de l'AChE à des interactions hydrophobes avec plusieurs monoterpènes cycliques (Ex : α-Pinène et 1,8-Cinéole) et acycliques (Ex : Linalool et Géraniol) (Mukherjee *et al*., 2007). Kim *et al*. (2013) ont également révélé que les composés d'HE d'Apiaceae ont une activité inhibitrice de l'AChE contre *S. oryzae* et ont montré que l'α-Pinène présentait un taux d'inhibition le plus élevé (97,36%), suivi du β-Pinène (54,96%) et du Limonène (51,23%) à une concentration de 1mg/ml.

4.5.2. Effet sur l'activité spécifique des GSTs

Les glutathion-S-transferases (GSTs) catalysent la conjugaison du groupement thiol du "glutathion réduit" à de nombreux xénobiotiques en provenance de l'extérieur ou de l'intérieur, qui sont ensuite transformés en composés polaires (Ebadollahi *et al*., 2013). Cela conduit à la formation d'un acide mercapturique qui est ensuite aisément éliminable.

Les résultats obtenus dans notre étude montrent une activation de ce biomarqueur après traitement de *T. granarium* aux huiles de *C. sempervirens*. Des résultats similaires sont constatés *S. granarius* traité par *Citrus limonum*, l'azadirachtine et leur combinaison (Guettal, 2021), chez *R. dominica* traité par l'huile de *S. molle* (Abes *et al.,* 2024) et *L. angustifolia* (Sayada, 2023) et chez *T. granarium* traité par l'huile d'*E. globulus* (Tine *et al.,* 2021). De plus, une augmentation de l'activité des GSTs a été signalée chez *T. castaneum* exposé à l'huile d'*Artemisia dracunculus* (Shojaei *et al.,* 2017).

4.5.3. Effet sur le taux de GSH

Le glutathion est un biomarqueur non-enzymatique qui participe dans la lutte contre le stress oxydatif (Gannagé-Yared *et al*., 1998). Certaines substances insecticides ciblent un nombre très restreint d'espèces en stimulant l'activité des diverses enzymes responsables de la détoxification (Lagadic *et al*., 1993).

L'exposition des larves de *T. granarium* aux HEs de *C. sempervirens* induit une diminution du taux de GSH. Des observations similaires ont été notées chez *T. granarium* traité par l'HE d'*E. globulus* (Tine *et al.,* 2021), chez *R. dominicia* et *S. oryzae* exposés à l'huile de *Gaultheria procumben* (Kiran & Prakash, 2015), et chez *R. dominica* exposée au *S. molle* (Abes *et al.,* 2024) et à l'huile de *L. angustifolia* (Sayada, 2023). Cette diminution se traduit par une consommation excessive du glutathion par les GSTs afin de détoxifier les bioinsecticides.

4.6. Effet des HEs sur les indices nutritionnels

Les huiles essentielles se composent de mélanges d'hydrocarbures volatils contenant divers groupes fonctionnels, parmi lesquels les principaux constituants insecticides sont les monoterpénoïdes (Coats *et al.,* 1991). Elles ont une activité anti-appétante (Hummel & Isman, 2001) et sont inhibitrices de la croissance du développement des insectes (Karr & Coats, 1992). Il a été rapporté que les pesticides botaniques inhibent l'appétit ou perturbent

l'alimentation des insectes en rendant le matériel traité peu attrayant ou désagréable (Rajashekar *et al*., 2012 ; Talukder, 2006).

Dans ce contexte, le taux de la croissance relative (TCR), le taux de consommation relative (TSR), l'efficacité de la conversion des aliments ingérés (ECI) et l'indice de dissuasion alimentaire (IAA) sont les paramètres choisis pour évaluer le pouvoir anti-appétant de l'HE extraite de *C. sempervirens* à l'égard de *T. granarium*. Selon les résultats obtenus, il y a une baisse de l'ECI, qui évalue la capacité d'un insecte à utiliser la nourriture ingérée pour sa croissance et son développement. Cela implique que plus la nourriture est métabolisée pour générer de l'énergie, moins elle est convertie en substance corporelle (croissance) (Koul *et al*., 2004). L'exploitation des aliments par les insectes est évaluée par le taux de consommation relatif, dont la baisse témoigne de l'incapacité des larves de *T. granarium* à exploiter les aliments ingérés. La réduction du RGR et du RCR observée chez les larves traitées peut confirmer les effets toxiques des composés allélochimiques de la plante sur la membrane péritrophique et les dommages causés à l'intestin moyen (Marie *et al*., 2009).

L'effet des huiles essentielles sur les indices nutritionnels a été étudié par différents chercheurs. Une perturbation de ces indices a été signalée chez *T. granarium* traité par *E. globulus* (Tine *et al.*, 2021a), chez *R. dominica* traité par l'huile d'*Eucalyptus kruseana* (Bahrami *et al*., 2016) et *L. angustifolia* (Sayada et al., 2022), chez *S. oryzae* traité par *S. molle* (Benzi *et al*., 2009 ; Labbafi *et al.*, 2021), chez *Plodia interpunctella* (Shahab & Saeidi, 2015), chez *Leptinotarsa decemlineata* (Saroukolai *et al*., 2014) traités par les HEs et chez *Callosobruchus maculatus* traité par l'huile de *M. piperita* (Saeidi & Mirfakhraie, 2017). Pavela & Chermenskaya (2004) ont constaté que *Artemisia vulgaris* affecte le TCR et les 17 autres plantes ont entraîné une nette réduction de l'ensemble des indices (TCR, ECI, TSR et IAA) chez *S. littoralis*.

Plusieurs études ont révélé l'activité anti-appétante des HEs et de leurs composants majeurs spécialement les monoterpènes chez les insectes (Santana *et al*., 2014 ; Ali *et al*., 2017). Arasu *et al*. (2013) ont montré que ces huiles possèdent des propriétés aromatiques qui conduisent les insectes à dégoûter la nourriture, réduire ou arrêter de manger, soit par la perception sensorielle (Chapman, 1995) ou par effets post-ingestion (Glendinning, 1996).

4.7. Effet des HEs sur la composition biochimique

Les HEs et leurs composés perturbent plusieurs fonctions des insectes : comportementales, physiologiques, biochimiques et métaboliques (Mann & Kaufman, 2012 ; Karabörklü & Ayvaz 2023). La teneur en métabolites est un bon indicateur de fitness des insectes ; car ils jouent un rôle essentiel dans la reproduction et le développement (Kraus et al., 2019).

Les HEs perturbent le profile biochimique des insectes, soit en augmentant les lipides, glucides et protéines ou en les diminuant (Yazdani et al., 2013 ; Gnanamani & Dhanasekaran, 2017). L'étude des modifications de la composition biochimique induites par un traitement aux insecticides botaniques est indispensable pour évaluer leurs potentiel toxiques (Sak et al., 2006). Les huiles essentielles pouvant avoir un effet dissuasif, ce déclin pourrait être provoqué par une diminution du régime alimentaire des insectes. Nos résultats ont montré une diminution des protéines et un épuisement des réserves énergétiques chez les larves de *T. granarium* exposées aux HEs de *C. sempervirens*.

Les protéines jouent un rôle crucial le fonctionnement du système vivant et dans la structure cellulaire, car les enzymes qui interviennent dans les voies métaboliques sont des protéines (Preet & Sneha, 2011). Elles assurent différents rôles, tels que le catabolisme enzymatique, la régulation des hormones (Cohen, 2010 ; Sugumaran, 2010). Elles sont également indispensables pour le développement de l'organisme et sa croissance afin de réaliser ses fonctions essentielles (Mojarab-Mahboubkar *et al*., 2015; Yazdani *et al*., 2014).

Les glucides sont les principaux éléments énergétiques de l'organisme, ils jouent un rôle important dans la physiologie des insectes (Cassier *et al.*, 1997). Certains représentent une source d'énergie pour les organismes vivants, d'autres ont un rôle structural (Nation, 2008).

Les lipides interviennent dans la constitution des parois cellulaires des insectes, et contribuent dans certaines fonctions comme la synthèse d'hormones juvéniles, la métamorphose des larves en pupe et en adultes (Caroci *et al.,* 2004). Ils représentent la source d'énergie la plus importante chez les insectes, mobilisables pour répondre aux besoins énergétiques de l'insecte et de surmonter le stress causé par les insecticides (Abo El-Makarem *et al.,* 2015).

Plusieurs travaux ont montré une diminution des constituants biochimiques chez *T. castaneum* exposé à l'huile d'*A. foeniculum* (Ebadollahi *et al*., 2013), chez *T. castaneum* et *C. maculatus* exposés aux huiles de *C. aromaticum*, *E. cardamomum* et *M. fragrans* (Tarigan *et al*., 2015), chez *E. kuehniella* traitée par *Teucrium polium* (Lamiaceae) et α-pinène (Shahriari *et al*.,

2017), chez *R. dominica* exposé aux HEs de *S. molle* (Abes *et al.,* 2024) et de *L. angustifolia* (Sayada *et al.*, 2023), chez *S. granarius* traité par l'azadirachtine et l'huile de *C. limonum* (Guettal, 2021) et chez *Glyphodes pyloalis* traité par *L. angustifolia* (Yazdani *et al.,* 2013).

La diminution de la teneur en protéines constatée au cours de plusieurs études peut être expliquée par une interférence de l'HE avec les hormones régulatrices de leur synthèse et l'accélération de leur dégradation en acides aminés, qui sont ensuite utilisés comme une source d'énergie par le système compensatoire pour lutter contre le stress (Vijayaraghavan *et al*., 2010 ; Gnanamani & Dhanasekaran, 2017).

La diminution des glucides peut être attribuée aux contraintes de stress imposés à ces insectes, nécessitant une augmentation de l'apport énergétique (Gäde, 2004 ; Mojarab-Mahboubkar et al., 2015), à une augmentation de la glycogénolyse dans le tissu adipeux et au transfert du glycogène des tissus adipeux vers l'hémolymphe en réponse à un épuisement énergétique provoqué par l'exposition à des xénobiotiques (Zibaee, 2011).

La diminution des réserves lipidiques suite à l'exposition à un traitement insecticide peut résulter d'une perturbation dans leur biosynthèse (Klowden, 2007), d'un dysfonctionnement hormonal régulant leur métabolisme (Steele, 1981), d'une augmentation de la lipolyse pour la production de l'énergie et d'une réparation des lésions cellulaires (Sak et al., 2006).

4.8. Effet des HEs sur les acides nucléiques

Les organismes vivants sont composés de biomolécules complexes telles que les acides nucléiques et les protéines, qui jouent un rôle dans plusieurs processus physiologiques (Bergeron & Regnault, 1980). Les xénobiotiques provoquent des modifications du matériel génétique et de la protéosynthèse, car il a été démontré que certaines de ces molécules ont un effet cellulaire et stimulent la transcription des gènes. Il semble que ces substances aient un impact sur les histones ou les protéines acides qui jouent un rôle dans le contrôle de l'expression génétique (Vladmir *et al*., 1991).

Nos résultats révèlent une diminution du taux d'ADN et d'ARN chez les larves de *T. granarium* traitées par l'huile de *C. sempervirens*. Des résultats similaires ont été enregistrés chez *R. dominica* traité par l'huile essentielle de *L. anguistifolia* (Sayada, 2022). Par contre, une augmentation de ces biomarqueurs moléculaires a été notée chez *R. dominica* traité par *S. molle* (Abes *et al.,* 2024). Plusieurs chercheurs ont rapporté que la baisse des niveaux d'acides nucléiques pourrait être en raison d'une action génotoxique (diminution de l'indice mitotique),

d'une perturbation de la division cellulaire (Topktas *et al.,* 1996), ou d'une action inhibitrice sur la synthèse d'ADN et d'ARN ou de la mort cellulaire par nécrose (Shivanandappa & Krishnakunari 1981). Un blocage dans la synthèse d'ARN peut affecter la quantité de protéines, car l'ARN joue un rôle prépondérant dans la synthèse protéique (Nutan & Ravindra, 2010) ce qui justifie nos résultats qui révèle une diminution du taux d'ARN accompagnée d'une réduction de protéines totale.

4.9. Effet des HEs sur les enzymes digestives

Différents types de substances toxiques affectent l'intestin moyen, ce qui perturbe la croissance et le développement des insectes en modifiant les événements physiologiques liés à la consommation de nourriture, à l'absorption et à la transformation des nutriments (Mordue & Blackwell, 1993). Les macromolécules alimentaires sont hydrolysées par les enzymes digestives dans l'intestin, ce qui facilite leur absorption. La plupart des macromolécules alimentaires sont composées de protéines, d'amidon et de triglycérides, qui sont hydrolysés respectivement par les protéases, les amylases et les lipases.

Grâce à leur action protéolytique, les protéases jouent un rôle essentiel dans la digestion des aliments. Il est essentiel d'avoir plusieurs types de protéases en raison de la fluctuation des résidus d'acides aminés tout au long de la chaîne peptidique. Selon Zibaee & Bandani (2010), Certaines protéases peuvent être perturbées par les insecticides botaniques, ce qui les empêche de digérer les protéines ingérées. Nos résultats ont montré que l'huile du *C. sempervirens* a réduit l'activité des protéases chez les larves de *T. granarium*. Des résultats similaires ont été rapportés chez *G. pyloalis* (Khosravi & Sendi, 2013) traitées à l'azadirachtine, chez *R. dominica* traité par *S. molle* (Abes *et al.,* 2024) et *L. angustifolia* (Sayada, 2022), chez *T. granarium* traité par *E. globulus* (Tine *et al.,* 2021), et chez les larves et les adultes de *D. melanogaster* exposés à l'azadirachtine (Bezzar, 2016).

L'enzyme endo-digestive appelée α-amylase hydrolyse les liens des polysaccharides tels que l'amidon en maltose (disaccharide) et le glycogène en glucose (Terra & Ferriera, 2005). Les résultats obtenus révèlent une réduction de l'activité α-amylase chez les larves de *T. granarium* suite au traitement par *C. sempervirens*, ce qui concorde avec plusieurs travaux. Une diminution de l'activité α-amylase a été également signalée chez *Tribolium castaneunm* (Sami, 2014) traité par l'azadirachtine, chez *R. dominica* traité par *L. angustifolia* (Sayada, 2022) et *S. molle* (Abes et al., 2024) et chez *T. confusum* traité par l'*E. globulus* et son constituant majoritaire, l'eucalyptol (Tine et al., 2023).

Les lipases est crucial pour le stockage et la mobilisation des lipides. Plusieurs processus physiologiques tels que la reproduction, la croissance et la défense contre les agents pathogènes sont également assurés par ces enzymes (Lemaitre & Miguel-Aliaga, 2013). Nos résultats ont mis en évidence une diminution de l'activité de la lipase chez les larves de *T. granarium* traitées avec l'HE de *C. sempervirens*. Des résultats similaires ont été observés chez *Cnaphalocrocis medinalis* (Senthil-Nathan, 2013) et *D. melanogaster* (Bezzar-Bendjazia *et al.,* 2017) traités par l'azadirachtine, chez *T. granarium* exposé à l'huile d'*E. globulus* (Tine *et al.,* 2021), et chez *R. dominica* traitée par l'HE de *S. molle* (Abes *et al.,* 2024).

Les chitinases sont des enzymes responsables de la synthèse et la dégradation de la membrane péritrophique qui assure la protection de l'épithélium intestinal (Shen & Jacobs-Lorena, 1997). Une diminution de l'activité de la chitinase a été constatée chez *T. granarium* exposé à l'huile de *C. sempervirens*. Des résultats similaires ont été rapportés chez *T. granarium* (Tine *et al.,* 2022) et *T. confusum* traités par l'huile d'*E. globulus* (Tine *et al.,* 2023) et chez *R. dominica* traité par *S. molle* (Abes *et al.*, 2024) et le menthol (Tine-Djebbar *et al.*, 2023).

Ces résultats peuvent refléter l'interférence des HEs de *C. sempervirens* avec la régulation de l'alimentation et du métabolisme, ce qui soutient clairement l'action de cette huile qui comprenait une réduction de la consommation alimentaire et de l'efficacité digestive, réduisant ainsi l'accès des nutriments pour les besoins biologiques.

4.10. Effet des HEs sur l'émergence

Au cours de nos expérimentations, nous avons enregistré une inhibition de l'émergence de *T. granarium* traité avec l'huile de *C. sempervirens* et qui augmente en fonction des concentrations appliquées. Ces résultats corroborent ceux de Langsi *et al.* (2018) qui ont rapporté une forte inhibition de l'émergence des adultes de *Sitophilus zeamais* suite au traitement avec des HEs de *Chenopodium ambrosioides* et *Cupressus sempervirens.* Il a été constaté que les monoterpènes, notamment le camphre, l'eugénol et le 1,8-cinéole peuvent provoquer l'inhibition de l'émergence des coléoptères des produits entreposés (Obeng-Ofori *et al.,* 1997). Dans l'étude de Nzelu & Okonkwo (2016), l'HE de *Citrullus colocynthis* a significativement affecté l'émergence de *C. maculatus*. Des résultats similaires ont été signalés chez *Aristolochia ringens* traité par *Allium sativum, Garcinia kola* et *Ficus exasperata* (Arannilewa *et al.,* 2006). Lorsqu'elle est appliquée, l'huile recouvre le testa (couche externe) des grains, agissant comme un poison alimentaire pour les insectes, tandis

que certains d'entre eux pénètrent également dans l'endosperme et les couches germinales (supprimant ainsi la ponte et le développement larvaire) (Arannilewa *et al.,* 2006).

Une réduction de l'émergence de plus de 50% a été observée chez *R. dominica* après traitement avec les huiles essentielles de trois plantes : *Ferula assa foetida, Pelargonium hortorum et Juglans rejia* (Bahrami *et al.,* 2016). L'application de l'huile d'olive collecté dans la région de Tizi Ouzou sur *C. maculatus* n'a pas induit l'émergence des adultes (Namane & Mezani, 2014). De plus, les travaux de Tine *et al.* (2021) ont mis en évidence une inhibition de l'émergence de *T. granarium* traité avec l'huile d'*E. globulus* (Abes *et al.,* 2024).

4.11. Effet des HEs sur la germination et la protection des grains

Nos résultats montrent que les HEs de *C. sempervirens* (feuilles et cônes) peuvent être utilisées en toute sécurité pour lutter contre les larves de *T. granarium* et protéger les grains contre les dommages induits par cette espèce car aucun des traitements ne semble inhiber la germination des grains. Selon Yadav (1971), l'huile d'*Acoras calamus* avait un effet toxique rapide sur *C. chinensis* et était sans danger pour la germination des graines. Kumar *et al.* (2017) ont observé que les huiles essentielles de six plantes : *Tagetes minuta, Cinnamomum camphora, Eucalyptus sp. Acorus calamus Meriandra strobilifera* et *Cymbopogon citratus* offraient aux graines de pois (*Pisum sativum* L.) une protection significative contre les dommages causés par *Callosobruchus chinensis*. De plus, le taux de germination de ces graines variait entre 34,92 et 92,75% après le traitement avec ces HEs contre 19,75 % pour le groupe témoin. De plus, ils ont remarqué que la meilleure protection des graines est assurée par les HEs de *C. citratus* et *A. calamus* avec un taux de germination de 85,58 et 92,75 % respectivement (Kumar *et al.,* 2017). Su (1991) a constaté que le traitement de *Vigna unguiculata* avec l'HE d'*Acorus calamus* empêchait le développement des adultes et offrait une protection de 100 % contre *Callosobruchus chinensis*. Lorsque les graines de niébé ont été exposées à la dose la plus élevée d'huile de graines de *Citrullus colocynthis*, elles ont été complètement protégées des dommages causés par *C. maculatus* (Nzelu et Okonkwo 2016). De plus, l'huile de clou de girofle a considérablement réduit les dommages aux graines via une diminution du nombre de trous dans les graines de haricot mungo traitées (Soe et al., 2020). Le taux de dommage aux grains le plus faible a été enregistré par *Aristolochia ringens,*

à 0,42 %, suivi par *Allium sativum* (2,81 %), *Garcinia kola* (4,22 %) et *Ficus exasperata* (21,83 %) (Arannilewa *et al.*, 2006).

CONCLUSION

V. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette thèse vise à évaluer l'efficacité des huiles essentielles de *Cupressus sempervirens* contre un insecte ravageur, *Trogoderma granarium* qui peut causer des pertes post-récoltes importantes.

Il semblerait que la plante étudiée (feuilles et cônes) constitue une bonne source de divers groupes chimiques : flavonoïdes, leucoanthocyanes, saponines, tanins catéchiques et tanins galliques qui sont connus par leurs propriétés bioactives.

Le rendement en HEs extraites des feuilles et des cônes affiche des taux de 0,21 % et 0,15 % de la matière sèche de la plante respectivement. Les constituants chimiques de chaque huile sont au nombre de 74 pour les cônes et 82 pour les feuilles, avec comme composants majoritaires : α-Pinène (33,65 % et 26,53 %), Z-3. -Carène (14,78 % et 19,48 %) pour les cônes et les feuilles respectivement.

L'efficacité de ces HEs a été testée vis-à-vis des larves de *Trogoderma granarium* sur plusieurs aspects : toxicologique, répulsif, biochimique, digestif et biomarqueurs.

Les HEs des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* ont une toxicité et un pouvoir répulsif contre les larves de Trogoderme. De plus, on note que l'huile des cônes est plus toxique et plus répulsive que l'huile des feuilles contre les larves de *T. granarium*.

La neurotoxicité des HEs de *C. sempervirens* (feuilles et cônes) appliquées par contact a été constatée à partir d'une inhibition de l'AChE. Une diminution du glutathion (GSH) et une augmentation des GSTs confirment l'induction du système de détoxication chez cet insecte.

De plus, un effet anti-appétant traduit par une perturbation des indices nutritionnels, accompagné d'une réduction de l'activité des enzymes digestives, a signalé chez les larves de Trogoderme exposées aux HEs de *C. sempervirens*.

Par ailleurs, l'application de ces huiles induit un épuisement des réserves énergétiques et une diminution des acides nucléiques chez cette espèce.

Les huiles des cônes et des feuilles de *C. sempervirens* offrent une protection très significative aux grains de blé puisque les dommages occasionnés aux graines par les larves de Trogoderme diminuent à mesure que les concentrations augmentent. Avec une augmentation des concentrations des huiles testées, moins d'adultes ont émergé.

Cette étude mérite d'être complétée par :

- Tester l'efficacité les constituants majoritaires et minoritaires sur l'insecte cible.

- Tester l'effet de ces composés bioactifs sur le potentiel reproducteur de cet insecte.

- Réaliser des essais sur terrain pour évaluer l'efficacité de ces huiles dans des conditions naturelles.

- Tester l'effet de ces huiles sur la qualité du blé.

RESUME

VI. Résumé

Les huiles essentielles de *Cupressus sempervirens* ont été évaluées chez les larves de *Trogoderma granarium*. Les résultats du dépistage phytochimique des feuilles et des cônes de *C. sempervirens* ont démontré la présence de saponines, de flavonoïdes, de leucoanthocyanines, de tanins catéchiques et de tanins galliques. Nous avons identifié quatre-vingt-deux (82) composés pour les feuilles et soixante-quatorze (74) pour les graines par CPG/SM. Les principaux composés des huiles essentielles de feuilles et de graines étaient l'α-pinène (33,65 % et 26,53 %), le Z-3-carène (14,78 % et 19,48 %) et le terpinolène (4,25 % et 4,13 %), respectivement. *C. sempervirens* a montré une toxicité et une activité répulsive, qui augmentaient en fonction des concentrations appliquées. De plus, les huiles des cônes et des feuilles ont considérablement réduit l'émergence des adultes et les dommages occasionnés par les larves, tout en augmentant le taux de germination. Les traitements ont également induit une altération du profil biochimique par une diminution des réserves énergétiques et des acides nucléiques. Les biomarqueurs enzymatiques et non-enzymatiques déterminés chez les larves traitées (CL_{25} et CL_{50}) ont révélé un effet neurotoxique et une induction du système de détoxication, traduite par une augmentation de l'activité des GSTs et une diminution du taux du GSH. Enfin, les résultats de l'activité anti-appétante ont révélé une diminution des indices nutritionnels accompagnée d'une perturbation des enzymes digestives chez les larves de *T. granarium* après traitement avec ces HEs.

Mots-clés : *Trogoderma granarium*, *Cupressus sempervirens*, Screening phytochimique, Activité larvicide, Qualité des semences, Biomarqueurs, Réserves énergétiques, Pouvoir anti-appétant, Enzymes digestives.

Abstract

The essential oils of *Cupressus sempervirens* were tested against *Trogoderma granarium* larvae. The phytochemical screening of *C. sempervirens* cone and leaf revealed the presence of flavonoids, saponins, catechetical tannins, gallic tannins and leucoanthocyanins. Eighty-two (82) compounds for leaves and seventy-four (74) for cones were identified by GC/MS. The major compounds for cone and leaf EOs were α-pinene (26.53% and 33.65 %), Z-3-carene (19.48% and 14.78 %) and terpinolene (4.13% and 4.25 %), respectively. *C. sempervirens* EOs exhibited fumigant and contact toxicity and repellent activity, which increased as a function of concentrations. Furthermore, the cone and leaf oils significantly reduced the adult emergence and seed damage and increased the germination rate. The treatments caused an alteration of the biochemical profile through a reduction in energy reserves and nucleic acids. The enzymatic and non-enzymatic biomarkers determined in the treated larvae (LC_{25} and LC_{50}) revealed a neurotoxic effect of essential oils and an induction of the detoxification system, manifested by a decrease in GSH levels and an increase in GST activity. Finally, the results of the antifeedant activity revealed a decrease in nutritional indices accompanied by a disruption of digestive enzymes in *T. granarium* larvae after treatment with these essential oils.

Keywords: *Cupressus sempervirens*, *Trogoderma granarium*, Phytochemical screening, Larvicidal activity, Seed quality, Biomarkers, Energy reserves, antifeedant activity, Digestive enzymes.

ملخص

تم تقييم الزيوت الأساسية من المخاريط والأوراق لشجرة *Cupressus sempervirens* ضد يرقات *Trogoderma granarium*. أظهرت نتائج الفحص الفيتوكيميائي لأوراق وأقماع *C. sempervirens* وجود الصابونينات، والفلافونويدات، واللوكوانثوسيانينات، والتانينات الكاتيشية، والتانينات الجاليكية. لقد حددنا اثنين وثمانين (82) مركبًا للأوراق وأربعة وسبعين (74) للبذور بواسطة كروماتوغرافيا الغاز/الطيف الكتلي. كانت المركبات الرئيسية للزيوت الأساسية للأوراق والبذور هي α-pinène (33.65% و26.53%)، Z-3-carène (14.78% و19.48%) وterpinolène (4.25% و4.13%)، على التوالي. أظهرت *C. sempervirens* سمية ونشاطًا طاردًا، كانا يزدادان وفقًا للتراكيز المستخدمة. علاوة على ذلك، فقد قللت الزيوت المستخرجة من المخاريط والأوراق بشكل كبير من ظهور البالغين والأضرار التي تسببها اليرقات، بينما زادت من معدل الإنبات. كما أدت العلاجات إلى تغيير في التركيب البيوكيميائي الحيوي من خلال تقليل الاحتياطيات الطاقوية والأحماض النووية. أظهرت المؤشرات الحيوية الإنزيمية وغير الإنزيمية التي تم تحديدها لدى اليرقات المعالجة (CL_{25} وCL_{50}) تأثيرًا سمّيًا عصبيًا وتحفيزًا لنظام إزالة السموم، يتمثل في زيادة في نشاط GSTs وانخفاض في مستوى GSH. أخيرًا، كشفت نتائج النشاط المضاد للشهية عن انخفاض في المؤشرات الغذائية مصحوبًا باضطراب في الإنزيمات الهضمية لدى يرقات *T. granarium* بعد المعالجة.

الكلمات المفتاحية: *Trogoderma granarium*، *Cupressus sempervirens*، الفحص الكيميائي النباتي، نشاط مبيد ضد اليرقات، جودة البذور، المؤشرات الحيوية، احتياطيات الطاقة، النشاط المضاد للشهية، الإنزيمات الهاضمة.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

VII. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A

Abbott, W. S. (1925). A method of computing the effectiveness of an insecticide. Journal of Economic Entomology. 18(2): 265-267.

Abdelgaleil, S. A., Abbassy, M. A., Belal, A. S. H., and Rasoul, M. A. A. (2008). Bioactivity of two major constituents isolated from the essential oil of *Artemisia judaica* L. Bioresource Technology. 99(13): 5947-5950.https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.10.043

Abdelgaleil, S. A., Mohamed, M. I., Shawir, M. S., and Abou-Taleb, H. K. (2016). Chemical composition, insecticidal and biochemical effects of essential oils of different plant species from Northern Egypt on the rice weevil, *Sitophilus oryzae* L. Journal of Pest Science. 89: 219-229.

Abes, A., and Michael, A. (2024). Dynamic-Permeability Variations Induced During CO_2-EOR Application in Carbonate Reservoirs: Upper Red River Formation, North Dakota. SPE Journal. 1-16. https://doi.org/10.2118/218137-PA

Abes, I. F. Z., Soltani, M., Torchane, N., Tine, S., Tine-Djebbar, F., and 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

Acheuk, F., Belaid, M., Lakhdari, W., Abdellaoui, K., Dehliz, A., and Mokrane, K. (2017). Repellency and toxicity of the crude ethanolic extract of *Limoniastrum guyonianum* against *Tribolium castaneum*. Tunisian Journal of Plant Protection. 12 : 71-82.

Adams, R. P. (2001). Identification of essential oils by gas chromatography quadrupole mass spectrometry. JASMS. 16 : 1902-1903.

Adedire, C. O., & Ajayi, T. S. (1996). Assessment of the insecticidal properties of some plant extracts as grain protectants against the maize weevil, *Sitophilus zeamais* Motschulsky. Nigerian Journal of Entomology. 13: 93-01.

Adeyi, A. O., Akozi, G. O., Adeleke, M. A., Agbaogun, B. K. O., and Idowu, A. B. (2015). Induction and activity of glutathione S-transferases extracted from *Zonocerus variegatus* (Orthoptera: Pyrgomorphidae) exposed to insecticides. International Journal of Tropical Insect Science. 35(1): 27-33. https://doi.org/10.1017/S174275841400054X

Adjou, E. S., Chougourou, D., and Soumanou, M. M. (2019). Insecticidal and repellent effects of essential oils from leaves of *Hyptis suaveolens* and *Ocimum canum* against *Tenebroides mauritanicus* (L.) isolated from peanut in post-harvest. Journal of Consumer Protection and Food Safety. 14: 25-30.

Ahmadi, E., Khajehali, J., Jonckheere, W., and Van Leeuwen, T. (2022). Biochemical and insecticidal effects of plant essential oils on insecticide resistant and susceptible populations of Musca domestica L. point to a potential cross-resistance risk. Pesticide Biochemistry and Physiology. 184: 105115. https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2022.105115

Ahmedani, M. S., Haque, M. I., Afzal, S. N., Naeem, M., Hussain, T., and Naz, S. (2011). Quantitative losses and physical damage caused to wheat kernel (*Triticum aestivum* L.) by khapra beetle infestation. Pakistan Journal of Botany. 43(1): 659-668.

Akermi, S., Smaoui, S., Elhadef, K., Fourati, M., Louhichi, N., Chaari, M., and Mellouli, L. (2022). *Cupressus sempervirens* essential oil: exploring the antibacterial multitarget mechanisms, chemo-computational toxicity prediction, and safety assessment in zebrafish embryos. Molecules. 27(9): 2630. https://doi.org/10.3390/molecules27092630

Ali, A. M., Mohamed, D. S., Shaurub, E. H., and Elsayed, A. M. (2017). Antifeedant activity and some biochemical effects of garlic and lemon essential oils on *Spodoptera littoralis* (Boisduval) (Lepidoptera: Noctuidae). Journal of Entomology and Zoology Studies. 5(3): 1476-1482.

Alimi, D., Hajri, A., Jallouli, S., and Sebai, H. (2022). Phytochemistry, anti-tick, repellency and anti-cholinesterase activities of *Cupressus sempervirens* L. and *Mentha pulegium* L. combinations against *Hyalomma scupense* (Acari: Ixodidae). Veterinary Parasitology. 303 : 109665. https://doi.org/10.1016/j.vetpar.2022.109665

Almadiy, A. A., Nenaah, G. E., Albogami, B. Z., Shawer, D. M., and Alasmari, S. (2023). *Cupressus sempervirens* essential oil, nanoemulsion, and major terpenes as sustainable green pesticides against the Rice Weevil. Sustainability. 15(10): 8021. https://doi.org/10.3390/su15108021

Al-Sarar, A. S., Hussein, H. I., Abobakr, Y., Bayoumi, A. E., and Al-Otaibi, M. T. (2014). Fumigant toxicity and antiacetylcholinesterase activity of Saudi *Mentha longifolia* and *Lavandula dentata* species against *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). Turkiye Entomoloji Derg. 38: 11-18.

Amara, N., and Boughérara, Y. (2017). Activité antimicrobienne de l'huile essentielle du cyprès vert (*Cupressus sempervirens* L.). Algerian Journal of Natural Products. 5(2): 455-462.

Anwar, F., Ali, M., Hussain, A. I., and Shahid, M. (2009). Antioxidant and antimicrobial activities of essential oil and extracts of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seeds from Pakistan. Flavour and Fragrance Journal. 24(4): 170-176.https://doi.org/10.1002/ffj.1929

Aprotosoaie, A. C., Spac, A., Hancianu, M., Miron, A., Tanasescu, V. F., Dorneanu, V., and Stanescu, U. (2010). The chemical profile of essential oils obtained from fennel fruits (*Foeniculum vulgare* Mill.). Farmacia. 58(1): 46-53.

Arannilewa, S. T., Ekrakene, T., & Akinneye, J. O. (2006). Laboratory evaluation of four medicinal plants as protectants against the maize weevil, *Sitophilus zeamais* (Mots). African Journal of Biotechnology. 5: 2032-2036.

Arasu, M. V., Al-Dhabi, N. A., Saritha, V., Duraipandiyan, V., Muthukumar, C., and Kim, S. J. (2013). Antifeedant, larvicidal and growth inhibitory bioactivities of novel polyketide metabolite isolated from *Streptomyces sp*. AP-123 against *Helicoverpa armigera* and *Spodoptera litura*. BMC Microbiology. 13: 1-6.

Athanassiou, C. G., Phillips, T. W., and Wakil, W. (2019). Biology and control of the khapra beetle, *Trogoderma granarium*, a major quarantine threat to global food security. Annual Review of Entomology. 64(1): 131-148. https://doi. org/10.1146/annurev-ento-011118-111804

B

Bahrami, R., Kocheili, F., and Ziaee, M. (2016). Effects of asafoetida, geranium and walnut leaves essential oils on nutritional indices and progeny reduction on *Rhyzopertha dominica* adults (Coleoptera: Bostrychidae). Journal of Crop Protection. 5(3): 369-375.

Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., and Idaomar, M. (2008). Biological effects of essential oils–a review. Food and Chemical Toxicology. 46(2): 446-475.

Becker, M., and Lévy, G. (1982). Le dépérissement du chêne en forêt de Tronçais. Les causes écologiques. Annales des Sciences Forestières. 39(4) : 439-444.

Benzi, V. S., Stefanazzi, N., and Ferrero, A. A. (2009). Biological activity of essential oils from leaves and fruits of pepper tree (*Schinus molle* L.) to control rice weevil (*Sitophilus oryzae* L.). Chilean Journal of Agricultural Research. 69(2):154-159. http://dx.doi.org/10.4067/S0718-58392009000200004

Bergeron, R., & Regnault, J. P. (1980). Reproduction et développement. Décarie.

Bergougnoux, V., Caissard, J. C., Jullien, F., Magnard, J. L., Scalliet, G., Cock, J. M., and Baudino, S. (2007). Both the adaxial and abaxial epidermal layers of the rose petal emit volatile scent compounds. Planta. 226: 853-866.

Bernfeld, P. (1955). Amylases, alpha and beta. Methods in enzymology I. 149-158.

Bezzar, R. (2016). Effets d'un biopesticide, l'azadirachtine, sur un modèle de référence, *Drosophila melanogaster* (Diptera): Toxicité, Développement et Digestion. Thèse de Doctorat en Sciences. Spécialité : Biologie Animale. Université Larbi Tébessi, Tébessa, 101p.

Bezzar-Bendjazia, R., Kilani-Morakchi, S., Maroua, F., and Aribi, N. (2017). Azadirachtin induced larval avoidance and antifeeding by disruption of food intake and

digestive enzymes in *Drosophila melanogaster* (Diptera: Drosophilidae). Pesticide Biochemistry and Physiology. 143: 135-140. https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2017.08.006

Bincy, K., Remesh, A. V., Prabhakar, P. R., and Vivek Babu, C. S. (2023). Chemical composition and insecticidal activity of *Ocimum basilicum* (Lamiaceae) essential oil and its major constituent, estragole against *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae). Journal of Plant Diseases and Protection. 130(3): 529-541.

Boukhris, M., Regane, G., Yangui, T., Sayadi, S., and Bouaziz, M. (2013). Chemical composition and biological potential of essential oil from Tunisian *Cupressus sempervirens* L. Journal of Arid Land Studies. 22(1): 329-332.

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.

Burton, K. (1956). A study of the conditions and mechanism of the diphenylamine reaction for the colorimetric estimation of deoxyribonucleic acid. Biochemical journal. 62(2): 315.

C

Carmen, R., Pilar, M., Eduardo, D, & Patrick, M. (2011). Essential oils from leaves of *Schinus molle and S. lentiscifolius* of Uruguayan Origin. Journal of Essential Oil Research. 8: 71-73. https://doi.org/10.1080/10412905.1996.9700558.

Caroci, A. S., Li, Y., and 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

Casida, J. H. (1990). Pesticide mode of action, evidence for implications of a finite number of biochemical targets. Pesticides and alternatives. Innovative chemical and Biological Approaches to Pest Control. Amsterdam: Elsevier. 11-22.

Cassier, P., Lafont, R., Descamps, M., Porchet, M., and Soyez, D. (1997). La reproduction des invertébrés : stratégies, modalités et régulation. Edition Masson, 354p.

Chapman, R. F. 1995. Chemosensory regulation of feeding. In: Chapman R. F. and G. de Boer (eds), Regulatory Mechanisms in Insect Feeding. Chapman and Hall, New York, pp. 101 -136.

Chaubey, M.K. (2011). Fumigant toxicity of essential oils against rice weevil *Sitophilus oryzae* L. (Coleoptera: Curculionidae). Journal of Biological Sciences. 11(6): 411- 416.

Chaubey, M.K. (2017). Evaluation of insecticidal properties of *Cuminum cyminum* and and *Piper nigrum* essential oils against *Sitophilus zeamais*. Journal of Entomology. 14: 148-154.

Chaudhari, A. K., Singh, V. K., Kedia, A., Das, S., and Dubey, N. K. (2021). Essential oils and their bioactive compounds as eco-friendly novel green pesticides for management of storage insect pests: Prospects and retrospects. Environmental Science and Pollution Research. 28: 18918-18940.

Chen, J. F., Zhuang, F. Y., Liu, X. A., and Qian, C. T. (2004). Reciprocal differences of morphological and DNA characters in interspecific hybridization in Cucumis. Canadian Journal of Botany. 82(1): 16-21. https://doi.org/10.1139/b03-107

Clevenger, J. F. (1928). Apparatus for the determination of volatile oil. The Journal of the American Pharmaceutical Association. 17(4): 345-349.

Coats, J., Karr, L., and Drewes, C. (1991). Toxicity and neurotoxic effects of monoterpenoids: in insects and earthworms, in Naturally Occurring Pest Bioregulators, Ed. PA Hedin. ACS Symposium, American Chemical Society, Washington, 449.

Cohen, E. (2010). Chapter 2 - Chitin Biochemistry: Synthesis, Hydrolysis and Inhibition. In J. Casas & S. J. Simpson (Éds.), Advances in Insect Physiology. Academic Press. 38: 5‑74.

D

Dambolena, J. S., Zunino, M. P., Herrera, J. M., Pizzolitto, R. P., Areco, V. A., and Zygadlo, J. A. (2016). Terpenes: natural products for controlling insects of importance to human health—a structure- activity relationship study. Psyche: A Journal of Entomology. 1: 4595823. https://doi.org/10.1155/2016/4595823

Díaz, C., Quesada, S., Brenes, O., Aguilar, G., Cicció, J.F., 2008. Chemical composition of *Schinus molle* essential oil and its cytotoxic activity on tumour cell lines. Natural Products Research. 22: 1521-1534.

Dillon, K. W. (1968). Report on Visit to USA and Canada by Mr. K. Dillon, Plant Quarantine Entomologist, to Investigate All Aspects of Khapra Beetle *Trogoderma granarium*: August-September 1968. Plant Quarantine Branch.

Drapeau, J., Fröhler, C., Touraud, D., Kröckel, U., Geier, M., Rose, A., and Kunz, W. (2009). Repellent studies with *Aedes aegypti* mosquitoes and human olfactory tests on 19 essential oils from Corsica, France. Flavour and Fragrance Journal. 24(4): 160-169. https://doi.org/10.1002/ffj.1928

Duchateau, G., and Florkin, M. (1959). Sur la tréhalosémie des insectes et sa signification. Archives Internationales de Physiologie et de Biochimie. 67(2) : 306-314.

Durou, C., Poirier, L., Amiard, J. C., Budzinski, H., Gnassia-Barelli, M., Lemenach, K., and Amiard-Triquet, C. (2007). Biomonitoring in a clean and a multi-contaminated estuary based on biomarkers and chemical analyses in the endobenthic worm *Nereis diversicolor*. Environmental Pollution. 148(2): 445-458. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2006.12.022

E

Ebadollahi, A., Khosravi, R., Sendi, J. J., Honarmand, P., and Amini, R. M. (2013). Toxicity and physiological effects of essential oil from *Agastache foeniculum* (Pursh) Kuntze against *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae) larvae. Annual Research & Review in Biology. 3(4): 649-658.

Ellman, G. L., Courtney, K. D., Andres Jr, V., and Featherstone, R. M. (1961). A new and rapid colorimetric determination of acetylcholinesterase activity. Biochemical Pharmacology. *7*(2): 88-95.

Emamia, S. A., Hasanzadeh, K. M., Rahimizadeh, M., Fazli, B. B., and Assili, J. (2005). Chemical constituents of *Cupressus sempervirens* L. cv. Cereiformis Rehd. essential oils Iranian. Iranian Journal of Pharmaceutical Sciences. 1:39-42.

F

Fadel, H., Benayache, F., Chalchat, J. C., Figueredo, G., Chalard, P., Hazmoune, H., and Benayache, S. (2019). Essential oil constituents of *Juniperus oxycedrus* L. and *Cupressus sempervirens* L. (Cupressaceae) growing in Aures region of Algeria. Natural Product Research. 35(15): 2616-2620. https://doi.org/10.1080/14786419.2019.1687473

Farrar, R.R., Barbour, J.D., and Kennedy, G.G. (1989). Quantifying food consumption and growth in insects. Annals of the Entomological Society of America. 82: 593-598.

Figueiredo, A. C., Barroso, J. G., Pedro, L. G., and Scheffer, J. J. (2008). Factors affecting secondary metabolite production in plants: volatile components and essential oils. Flavour and Fragrance Journal. 23(4): 213-226. https://doi.org/10.1002/ffj.1875

Foua-Bi, K. (1989). Céréales des Régions Chaudes: Conservation et Transformation, Parmentier M, Fouad-bi K (eds). AUPELF-UREF. Ads John Libbey Eurotext: Paris; 97-104.

Fouad, H., de Souza Tavares, W., and Zanuncio, J. (2021). Toxicity and repellent activity of monoterpene enantiomers to rice weevils (*Sitophilus oryzae*). Pest Management Science. 77(7): 3500-3507. https://doi.org/10.1002/ps.6403

G

Gäde, G. (2004). Regulation of intermediary metabolism and water balance of insects by neuropeptides. Annual Reviews in Entomology. 49(1): 93-113. https://doi.org/10.1146/annurev.ento.49.061802.123354

Galovičová, L., Čmiková, N., Schwarzová, M., Vukic, M. D., Vukovic, N. L., Kowalczewski, P. Ł., and Kačániová, M. (2023). Biological activity of *Cupressus sempervirens* essential oil. Plants. 12(5): 1097. https://doi.org/10.3390/plants12051097

Gannagé-Yared, M. H., Khneisser, I., Salem, N., Gouyette, A., Loiselet, J., Halaby, G., and Massade, L. (1998). Glutathion et glutathion S-transférase sanguins et leucocytaires : relation avec la cholestérolémie chez des volontaires sains. Annales de Biologie Clinique. 56 (3) : 321-327.

García- Carreño, F. L., and Haard, N. F. (1993). Characterization of proteinase classes in langostilla (*Pleuroncodes planipes*) and crayfish (*Pacifastacus astacus*) extracts. Journal of Food Biochemistry. 17(2): 97-113.

Germinara, G. S., De Cristofaro, A., and Rotundo, G. (2008). Behavioral responses of adult *Sitophilus granarius* to individual cereal volatiles. Journal of Chemical Ecology. 34: 523-529.

Giatropoulos, A., Pitarokili, D., Papaioannou, F., Papachristos, D. P., Koliopoulos, G., Emmanouel, N., and Michaelakis, A. (2013). Essential oil composition, adult repellency and larvicidal activity of eight Cupressaceae species from Greece against *Aedes albopictus* (Diptera: Culicidae). Parasitology Research. 112: 1113-1123. https://doi.org/10.1007/ s00436-012-3239-5

Glendinning, J. I. (1996). Is chemosensory input essential for the rapid rejection of toxic foods?. Journal of Experimental Biology. 199(7): 1523-1534. https://doi.org/10.1242/jeb.199.7.1523

Gnanamani, R., and Dhanasekaran, S. (2017). Efficacy of *Azadirachta indica* leaf extract on the biochemical estimation of a lepidopteran pest *Pericallia ricini* (Lepidoptera: Arctiidae). World Applied Sciences Journal. 35(2): 177-181.

Goldsworthy, G. J., Mordue, W., and Guthkelch, J. (1972). Studies on insect adipokinetic hormones. General and Comparative Endocrinology. 18(3): 545-551.

Govindan, K., and Jeyarajan Nelson, S. (2008). Effect of ten plant powders on mortality, oviposition, adult emergence and seed weight loss on pulse beetle, *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). Hexapoda. 15(1): 64-66.

Guettal, S. (2021). Effets de deux biopesticides d'origine végétale sur un ravageur des denrées stockées. Thèse de Doctorat en Biologie et Physiologie Animale. Université Larbi Tébessi, Tébessa. 141p.

Guettal, S., Tine, S., Kaouther, H., Tine-Djebbar, F., and Soltani, N. (2021). Combined effects of Azadirachtin and *Citrus limonum* essential oil against *Sitophilus granarius:* toxicity and biological activities. Pesticide Research Journal. 33(1) : 78-86. https://doi.org/10.5958/2249-524X.2021.00023.6

H

Habibi-Ghozloo, F., Moarefi, M., and Rafiei-Karahroodi, Z. (2012). Fumigant toxicity and repellency effect of essential oils of *Pinus eldarica* and *Cupressus arizonica* on adults of flour moth, *Ephestia kuehniella* Zeller. (Lep., Pyralidae). IAU Entomological Research Journal. 4(3): 215-225.

Habig, W. H., Pabst, M. J., and Jakoby, W. B. (1974). Glutathione S-transferases: the first enzymatic step in mercapturic acid formation. Journal of Biological Chemistry. 249(22): 7130-7139. https://doi.org/10.1016/S0021-9258(19)42083-8

Hadaway, A. B. (1956). The biology of the dermestid beetles, *Trogoderma granarium* Everts and *Trogoderma versicolor* (Creutz.). Bulletin of Entomological Research. 46(4): 781-796. https://doi.org/10.1017/S0007485300037044

Hamdan, D. I., Al-Gendy, A. A., and El-Shazly, A. M. (2016). Chemical composition and cytotoxic activity of the essential oils of *Schinus molle* growing in Egypt. Journal of Pharmaceutical Sciences and Research. 8(8): 779.

Haubruge, É., and Amichot, M. (1998). Les mécanismes responsables de la résistance aux insecticides chez les insectes et les acariens. France. Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement. 2 (3): 161-174.

Hosni, K., Hassen, I., M'Rabet, Y., and Casabianca, H. (2019). Biochemical response of *Cupressus sempervirens* to cement dust: Yields and chemical composition of its essential oil. Arabian Journal of Chemistry. 12(7): 1308-1314. https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2014.10.042

Huang, Y., Lam, S. L., and Ho, S. H. (2000). Bioactivities of essential oil from *Elletaria cardamomum* (L.) Maton. to *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst). Journal of Stored Products Research. 36(2): 107-117. https://doi.org/10.1016/S0022-474X(99)00040-5

Hummelbrunner, L. A., and Isman, M. B. (2001). Acute, sublethal, antifeedant, and synergistic effects of monoterpenoid essential oil compounds on the tobacco cutworm, *Spodoptera litura* (Lep., Noctuidae). Journal of Agricultural and Food Chemistry. 49(2): 715-720.

Hussain, A. I., Anwar, F., Sherazi, S. T. H., and Przybylski, R. (2008). Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities of basil (*Ocimum basilicum*) essential oils depends on seasonal variations. Food Chemistry. 108(3): 986-995. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.12.010

I

Ismail, A., Lamia, H., Mohsen, H., Samia, G., and Bassem, J. (2013). Chemical composition, bio-herbicidal and antifungal activities of essential oils isolated from Tunisian common cypress (*Cupressus sempervirens* L.). Journal of Medicinal Plants Research. 7(16) : 1070-1080. https://doi.org/10.5897/JMPR12.1088

Isman, M. B. (2020). Bioinsecticides based on plant essential oils: A short overview. Zeitschrift für Naturforschung C. 75(7-8): 179-182.

ISTA, International Seed Testing Association. (1985). International rules for seed testing. Seed Science and Technology. 13: 307-520.

J

Jankowska, M., Rogalska, J., Wyszkowska, J., and Stankiewicz, M. (2018). Molecular targets for components of essential oils in the insect nervous system-a review. Molecules. 23: 34. https://doi.org/10.3390/molecules23010034

Johnson, D. E., Brookhart, G. L., Kramer, K. J., Barnett, B. D., and McGaughey, W. H. (1990). Resistance to *Bacillus thuringiensis* by the Indian meal moth, *Plodia interpunctella*: comparison of midgut proteinases from susceptible and resistant larvae. Journal of Invertebrate Pathology. 55(2) : 235-244. https://doi.org/10.1016/0022-2011(90)90059-F

Jood, S., Kapoor, A. C., and Singh, R. (1993). Biological evaluation of protein quality of sorghum as affected by insect infestation. Plant Foods for Human Nutrition. 43: 105-114.

Jumbo, L. O. V., Faroni, L. R., Oliveira, E. E., Pimentel, M. A., and Silva, G. N. (2014). Potential use of clove and cinnamon essential oils to control the bean weevil, *Acanthoscelides obtectus* Say, in small storage units. Industrial Crops and Products. 56: 27-34. https://doi.org/10.1016/j. indcrop.2014.02.038

K

Karabörklü, S., and Ayvaz, A. (2023). A comprehensive review of effective essential oil components in stored-product pest management. Journal of Plant Diseases and Protection. 130(3): 449-481. https://doi.org/10.1007/s41348-023-00712-0

Karr, L. L., and Coats, J. R. (1992). Effects of four monoterpenoids on growth and reproduction of the German cockroach (Blattodea: Blattellidae). Journal of Economic Entomology. 85(2): 424-429.

Khalid, A., Hameed, A., and Tahir, M. F. (2023). Wheat quality: A review on chemical composition, nutritional attributes, grain anatomy, types, classification, and function of seed

storage proteins in bread making quality. Frontiers in Nutrition. 10: 1053196. https://doi.org/10.3389/fnut.2023.1053196

Khani, M., Marouf, A., Amini, S., Yazdani, D., Farashiani, M. E., Ahvazi, M., and Hosseini-Gharalari, A. (2017). Efficacy of three herbal essential oils against rice weevil, Sitophilus oryzae (Coleoptera: Curculionidae). Journal of Essential Oil-Bearing Plants. 20(4): 937-950. https://doi.org/10.1080/0972060X.2017.1355748

Khosravi, R., and Sendi, J. J. (2013). Effect of neem pesticide (Achook) on midgut enzymatic activities and selected biochemical compounds in the hemolymph of lesser mulberry pyralid, *Glyphodes pyloalis* Walker (Lepidoptera: Pyralidae). Journal of Plant Protection Research. 53(3).

Khosravi, R., Sendi, J. J., and Ghadamyari, M. (2010). Effect of *Artemisia annua* L. on deterrence and nutritional efficiency of lesser mulberry pyralid (*Glyphodes pylolais* Walker) (Lepidoptera: Pyralidae). Journal of Plant Protection Research. 50: 423 -428. https://doi.org/10.2478/v10045-010-0071-8

Kim, S. W., Kang, J., and 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. https://doi.org/10.1016/j.aspen.2013.07.002

Kiran, S., and Prakash, B. (2015). Assessment of toxicity, antifeedant activity, and biochemical responses in stored-grain insects exposed to lethal and sublethal doses of *Gaultheria procumbens* L. essential oil. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 63(48): 10518-10524. https://doi.org/10.1021/acs.jafc.5b03797

Kiran, S., Kujur, A., Patel, L., Ramalakshmi, K., and Prakash, B. (2017). Assessment of toxicity and biochemical mechanisms underlying the insecticidal activity of chemically characterized *Boswellia carterii* essential oil against insect pest of legume seeds. Pesticide Biochemistry and Physiology. 139: 17-23. https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2017.04.004

Klowden, M.J. (2007). Physiological systems in insects, Amsterdam: Elsevier, Academic.

Koul, O., Singh, G., Singh, R., Singh, J., Daniewski, W. M., and Berlozecki, S. (2004). Bioefficacy and mode-of-action of some limonoids of salannin group from *Azadirachta indica* A. Juss and their role in a multicomponent system against lepidopteran larvae. Journal of Biosciences. 29(4): 409-416.

Kraus, S., Monchanin, C., Gomez-Moracho, T., and Lihoreau, M. (2019). Insect Diet. Jennifer Vonk; Todd Shackelford. Encyclopedia of Animal Cognition and Behavior. 1-9.

Krishnaveni, M., Amsavalli, L., Chandrasekar, R., Madhaiyan, P., and Durairaj, S. (2013). Antioxidant activity of plants at Govt. College of Engineering campus, Salem, Tamil nadu, India. International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research. 21(1): 160-163.

Kumar, L., Verma, S. C., and Sharma, P. L. (2017). Studies on effect of essential oils on quality characters of pea seeds (*Pisum sativum* L.) damaged by *Callosobruchus chinensis* L. (Coleoptera: Bruchidae). Journal of Entomology and Zoology Studies. 5: 562-565.

L

Labbafi, M., Ahvazi, M., Khalighi-Sigaroodi, F., Khalaj, H., Ahmadian, S., Tajabadi, F., and Amini, S. (2021). Essential oil bioactivity evaluation of the different populations of Cupressus against adult rice weevil (*Sitophilus oryzae* L.). Journal of Medicinal Plants. 20(77): 79-92.

Lagadic, L., Cuany, A., Bergé, J. B., and Echaubard, M. (1993). Purification and partial characterization of glutathione S-transferases from insecticide-resistant and lindane-induced susceptible *Spodoptera littoralis* (Boisd.) larvae. Insect Biochemistry and Molecular Biology. 23(4): 467-474. https://doi.org/10.1016/0965-1748(93)90054-V

Landolt, P. J., Hofstetter, R. W., and Biddick, L. L. (1999). Plant essential oils as arrestants and repellents for neonate larvae of the codling moth (Lepidoptera: Tortricidae). Environmental Entomology. 28(6): 954-960.

Langsi, D. J., Fokunang, C. N., Suh, C., Eloh, K., Caboni, P., and Nukenine, E. N. (2018). Insecticidal activity of essential oils of *Chenopodium ambrosioides* and *Cupressus sempervirens* and their binary combinations on *Sitophilus zeamais*. GSC Biological and Pharmaceutical Sciences. 3 (2): 24-34. https://doi.org/10.30574/gscbps.2018.3.2.0032

Lemaitre, B., and Miguel-Aliaga, I. (2013). The digestive tract of *Drosophila melanogaster*. Annual Review of Genetics. 47(1): 377-404. https://doi.org/10.1146/annurev-genet-111212-133343

Liao, M., Xiao, J. J., Zhou, L. J., Yao, X., Tang, F., Hua, R. M., and Cao, H. Q. (2017). Chemical composition, insecticidal and biochemical effects of *Melaleuca alternifolia* essential oil on the *Helicoverpa armigera*. Journal of Applied Entomology. 141(9) : 721-728. https://doi.org/10.1111/jen.12397

Lindgrbn, D. L., Vincent, L. E., and Krohne, H. E. (1955). The khapra beetle, *Trogoderma granarium* Everts. Hilgardia. 24:1–36.

Lolage, G. R., and Patil, R. B. (1991). Comparative efficacy of plant oils against *Callosobruchus maculatus* F. on pigeon pea. Journal of Maharashtra Agricultural Universities (India). 16(3) :327-329.

M

Ma, S., Jia, R., Guo, M., Qin, K., and Zhang, L. (2020). Insecticidal activity of essential oil from Cephalotaxus sinensis and its main components against various agricultural

pests. Industrial Crops and Products. 150: 112403. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112403

Mahanta, S., Khanikor, B., and Sarma, R. (2017). Potentiality of essential oil from *Citrus grandis* (Sapindales: Rutaceae) against *Culex quinquefasciatus* Say (Diptera: Culicidae). Journal of Entomology and Zooogyl Studies. 5(3): 803-809.

Mahmood, Z., Ahmed, I., Saeed, M. U., and Sheikh, M. A. (2013). Investigation of physico-chemical composition and antimicrobial activity of essential oil extracted from lignin-containing Cupressus sempervirens. Bioressources. 8(2) : 1625-1633.

Makarem, H. A., Kholy, S. E., Abdel-Latif, A., and 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. 11: 117-123.

Mann, R. S., and Kaufman, P. E. (2012). Natural product pesticides: their development, delivery and use against insect vectors. Organic Chemistry. 9(2): 185-202. https://doi.org/10.2174/157019312800604733

Mantzoukas, S., Korbou, G., Magita, A., Eliopoulos, P., and Poulas, K. (2020). Leguminous seeds powder diet reduces the survival and development of the Khapra beetle, *Trogoderma granarium* Everts (Coleoptera: Dermestidae). Biology. 9(8): 204. https://doi.org/10.3390/ biology9080204

Manuwoto, S., and Mark Scriber, J. (1982). Consumption and utilization of three maize genotypes by the southern armyworm. Journal of Economic Entomology. 75(2): 163-167. https://doi.org/10.1093/jee/75.2.163

Marie, S. S., Amr, E. M., and Salem, N. Y. (2009). Effect of some plant oils on biological, physiological and biochemical aspects of *Spodoptera littoralis* (Boisd.). Research Journal of Agriculture and Biological Sciences. 5(1): 103-107.

Mason, A., Lee, R., Abrigo, M. and Lee, S.-H. (2017). Support ratios and demographic dividends: Estimates for the World. United Nations Department of Economic and Social Affairs Population Division. Technical Paper N°. 2017: 47 P.

Matozzo, V., Tomei, A., and Marin, M. G. (2005). Acetylcholinesterase as a biomarker of exposure to neurotoxic compounds in the clam *Tapes philippinarum* from the Lagoon of Venice. Marine Pollution Bulletin. 50(12) : 1686-1693. https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2005.07.011

Mazari, K., Bendimerad, N., Bekhechi, C., and Fernandez, X. (2010). Chemical composition and antimicrobial activity of essential oils isolated from Algerian *Juniperus phoenicea* L. and *Cupressus sempervirens* L. Journal of Medicinal Plants Research. 4(10): 959-964. https://doi.org/10.5897/JMPR10.169

McConkey, M. E., Gershenzon, J., and Croteau, R. B. (2000). Developmental regulation of monoterpene biosynthesis in the glandular trichomes of peppermint. Plant Physiology. 122(1): 215-224. https://doi.org/10.1104/pp.122.1.215

McDonald, L. L., Guy, R. H., and Speirs, R. D. (1970). Preliminary evaluation of new candidate materials as toxicants, repellents, and attractants against stored-product insects (N°. 882). Agricultural Research Service, United States Department of Agriculture.

McLafferty, F. W., Zhang, M. Y., Stauffer, D. B., and Loh, S. Y. (1998). Comparison of algorithms and databases for matching unknown mass spectra. Journal of the American Society for Mass Spectrometry. 9(1): 92-95.

Miller, G. L. (1959). Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. Analytical Chemistry. 31(3) : 426-428.

Mishra, B. B., Tripathi, S. P., and Tripathi, C. P. M. (2012). Repellent effect of leaves essential oils from *Eucalyptus globulus* (Myrtaceae) and *Ocimum basilicum* (Lamiaceae) against two major stored grain insect pests of Coleopterans. Nature and Science. 10(2): 50-54.

Mohammadi, S., and Saharkhiz, M. J. (2011). Changes in essential oil content and composition of catnip (*Nepeta cataria* L.) during different developmental stages. Journal of Essential Oil-Bearing Plants. 14(4): 396-400.

Mojarab-Mahboubkar, M., Sendi, J. J., and Aliakbar, A. (2015). Effect of *Artemisia annua* L. essential oil on toxicity, enzyme activities, and energy reserves of cotton bollworm *Helicoverpa armigera* (Hübner) (Lepidoptera: Noctuidae). Journal of Plant Protection Research. 55(4): 371‑ 377.

Moore, S.J. (2014). Plant-based insect repellents. In Insect Repellents Handbook, 2nd ed.; Debboun, M., Frances, S.P., Strickman, D., Eds.; CRC Press: Boca Raton, FL, USA; pp. 179–213.

Mordue, A. J., and Blackwell, A. (1993). Azadirachtin: an update. Journal of Insect Physiology. 39(11): 903-924. https://doi.org/10.1016/0022-1910(93)90001-8

Mossa, A.T.H. (2016). Green pesticides: Essential oils as biopesticides in insect-pest management. Journal of Environmental Science and Technology. 9(5): 354. https://doi.org/10.3923/jest.2016.354.378

Mukherjee, P. K., Kumar, V., and Houghton, P. J. (2007). Screening of Indian medicinal plants for acetylcholinesterase inhibitory activity. Phytotherapy Research. 21(12): 1142-1145. https://doi.org/10.1002/ptr.2224

N

Naeem, A. (2016). Biochemical response in phosphine resistant and susceptible adult beetles of *Trogoderma granarium* to the sublethal dose. Journal of Entomology and Zoology Studies. 4(6): 582-587.

Nathan, S. S., and Kalaivani, K. (2005). Efficacy of nucleopolyhedrovirus and azadirachtin on *Spodoptera litura* Fabricius (Lepidoptera: Noctuidae). Biological Control. 34(1) : 93-98. https://doi.org/10.1016/j.biocontrol.2005.03.001

Nation, J.L. (2008). Insect Physiology and Biochemistry, 2nd edition. CRC Press, London, UK. 560.

Ncibi, S., Barbouche, N., Haouel-Hamdi, S., and Ammar, M. (2019). Insecticidal activity of several Tunisian essential oils against two major pests of stored grain *Rhyzopertha dominica* (Fabricius, 1792) and *Tribolium castaneum* (Herbest 1797). Journal of New Sciences, Agriculture and Biotechnology. 66(5): 4182-4194.

Nenaah, G. E., Almadiy, A. A., Al- Assiuty, B. A., and Mahnashi, M. H. (2022). The essential oil of *Schinus terebinthifolius* and its nanoemulsion and isolated monoterpenes: investigation of their activity against *Culex pipiens* with insights into the adverse effects on non- target organisms. Pest Management Science. 78(3): 1035-1047. https://doi.org/10.1002/ps.6715

Nerio, L. S., Olivero-Verbel, J., and Stashenko, E. (2010). Repellent activity of essential oils: a review. Bioresource Technology. 101(1): 372-378. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.07.048

Nerio, L. S., Olivero-Verbel, J., and 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.

Nisar, M. S., Ali, S., Hussain, T., Ramzan, H., Niaz, Y., Haq, I. U., and Mackled, M. I. (2022). Toxic and repellent impacts of botanical oils against *Callosobruchus maculatus* (Bruchidae: Coleoptera) in stored cowpea (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.). Plos one. 17(5): e0267987. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0267987

Nurulain, S., Prytkova, T., Sultan, A. M., Ievglevskyi, O., Lorke, D., Yang, K. H., and Oz, M. (2015). Inhibitory actions of bisabolol on α7-nicotinic acetylcholine receptors. Neuroscience. 306: 91-99. https://doi.org/10.1016/j. neuroscience.2015.08.019

Nutan, D.R., and Ravindra, V.K. (2010). Quantification of nucleic acid from fresh water Fish *punctius arenatus* (day) exposed to pesticides. International Journal of Advanced Biotechnology and Research. 1(1): 43-51.

Nzelu, C. O., and Okonkwo, N. J. (2016). Evaluation of melon seed oil *Citrullus colocynthis* (L.) Schrad, for the protection of cowpea *Vigna unguiculata* seeds against *Callosobruchus maculatus* (Fabricius) (Coleoptera: Bruchidae). Evaluation. 3(8): 1-10. https://doi.org/ 10.17148/IARJSET.2016.3813

O

Obeng-Ofori, D., Reichmuth, C. H. Bekele and Hassanali, A. (1997). Biological activity of 1, 8-cineole, a major component of essential oil of *Ocimum kenyense* (Ayobeingira) against stored product beetles. Journal of Applied Entomology. 121: 237-243.

OEPP/EPPO (1981). Data sheets on quarantine organisms, *Trogoderma granarium*. Bulletin 121:1-6.

OEPP/EPPO PM 7/13 (2). (2013). *Trogoderma granarium*. Bulletin. 43: 431-448.

P

Papachristos, D. P., and Stamopoulos, D. C. (2004). Fumigant toxicity of three essential oils on the eggs of *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera: Bruchidae). Journal of Stored Products Research. 40(5): 517-525. https://doi.org/10.1016/S0022-474X(01)00007-8

Paranagama, P. A., Kodikara, K. A. B. C. H., Nishantha, H. M. I., and Mubarak, A. M. (2001). Effect of azadirachtin on growth and the activity of the midgut enzymes of cockroach *Periplaneta americana*. Journal of the National Science Foundation of Sri Lanka. 29(1-2).

Patiño-Bayona, W. R., Nagles Galeano, L. J., Bustos Cortes, J. J., Delgado Ávila, W. A., Herrera Daza, E., Suárez, L. E. C., and Patiño-Ladino, O. J. (2021). Effects of essential oils from 24 plant species on *Sitophilus zeamais* Motsch (Coleoptera, Curculionidae). Insects. 12(6): 532. https://doi.org/10.3390/insects12060532

Pavela R., Stepanycheva, E., Shchenikova, A., Chermenskaya, T., and Petrova, M. (2016). Essential oils as prospective fumigants against *Tetranychus urticae* Koch. Industrial Crops and Products. 94: 755-761. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.09.050

Pavela, R., and Chermenskaya, T. (2004). Potential insecticidal activity of extracts from 18 species of medicinal plants on larvae of *Spodoptera littoralis.* Short Communication. Plant Protection Science. 40(4): 145.

Pharmacopée Européenne (2017). EDQM. Huiles essentielles. Aetherolea. 9ème éd.

Pinho, A. I., Wallau, G. L., Nunes, M. E. M., Leite, N. F., Tintino, S. R., da Cruz, L. C., and Franco, J. L. (2014). Fumigant activity of the *Psidium guajava var. pomifera* (Myrtaceae) essential oil in *Drosophila melanogaster* by means of oxidative stress. Oxidative Medicine and Cellular Longevity. 1 : 696785. https://doi.org/10.1155/2014/696785

Prabu Seenivasan, S., Jayakumar, M., Raja, N., and Ignacimuthu, S. (2004). Efficacy of bitter apple (*Citrullus colocynthis*) seed extracts against pulse beetle, *Callosobruchus maculatus* Fab. (Coleoptera: Bruchidae). Entomology. 29:81-84.

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

R

Rajashekar, Y., Bakthavatsalam, N., and Shivanandappa, T. (2012). Botanicals as grain protectants. Psyche: A Journal of Entomology. 1: 646740. https://doi.org/10.1155/2012/646740

Rajashekar, Y., Raghavendra, A., and Bakthavatsalam, N. (2014). Acetylcholinesterase inhibition by biofumigant (Coumaran) from leaves of *Lantana camara* in stored grain and household insect pests. BioMed Research International. 1: 187019. https://doi.org/10.1155/2014/187019

Regnault-Roger, C. (1997). The potential of botanical essential oils for insect pest control. Integrated Pest Management Reviews. 2: 25-34.

Regnault-Roger, C., Vincent, C., and Arnason, J. T. (2012). Essential oils in insect control: low-risk products in a high-stakes world. Annual Review of Entomology. 57(1): 405-424. https://doi.org/10.1146/ annurev-ento-120710-100554

Rharrabe, K., Amri, H., Bouayad, N., and Sayah, F. (2008). Effects of azadirachtin on post-embryonic development, energy reserves and α-amylase activity of *Plodia interpunctella* Hübner (Lepidoptera: Pyralidae). Journal of Stored Products Research. 44(3) : 290-294.

S

Sabbour, M. M., and Abd El-Aziz, S. (2002). Efficacy of some botanical oils formulated with microbial agents against the cotton leafworm and greasy cutworm attaching cotton plants. Bulletin of the Entomological Society of Egypt, Economic Series. 28: 135-151.

Saeidi, K., and Mirfakhraie, S. (2017). Chemical composition and insecticidal activity *Mentha piperita* L. essential oil against the cowpea seed beetle *Callosobruchus maculatus* F. (Coleoptera: Bruchidae). Journal of Entomological and Acarological Research. 49(3). https://doi.org/10.4081/jear.2017.6769

Sak, O., Uçkan, F., and Ergin, E. (2006). Effects of cypermethrin on total body weight, glycogen, protein, and lipid contents of *Pimpla turionellae* (L.) (Hymenoptera: Ichneumonidae). Belgian Journal of Zoology. 136 :53-58.

Sami, A. J. (2014). *Azadirachta indica* derived compounds as inhibitors of digestive alpha-amylase in insect pests: Potential bio-pesticides in insect pest management. European Journal of Experimental Biology. 4(1): 259-264.

Santana, O., Andrés, M. F., Sanz, J., Errahmani, N., Abdeslam, L., and González-Coloma, A. (2014). Valorization of essential oils from Moroccan aromatic plants. Natural Product Communications. 9(8).https://doi.org/10.1177/1934578X1400900812

Santos, N. K., Rodrigues, F. F., Coutinho, H. D., Viana, G. S., and Costa, J. G. (2013). Isolation of alpha-bisabolol from the essential oil of *Vanillosmopsis arborea* Baker and modulation of antibiotic activity using gaseous contact. Journal of Essential Oil-Bearing Plants. 16(6): 826-831. https://doi.org/10.1080/0972060X.2013.794044

Saroukolai, A. T., Nouri-Ganbalani, G., Rafiee-Dastjerdi, H., and Hadian, J. (2014). Antifeedant activity and toxicity of some plant essential oils to colorado potato beetle, *Leptinotarsa decemlineata* Say (Coleoptera: Chrysomelidae). Plant Protection Science. 50(4).

Sarwar, M., Ahmad, N., and Toufiq, M. (2009). Host plant resistance relationships in chickpea (*Cicer arietinum* L.) against gram pod borer (*Helicoverpa armigera* Hubner). Pakistan Journal of Botany. 41(6): 3047-3052.

Sayada, N. (2023). Efficacité des huiles essentielles d'une plante médicinale *Lavandula angustifolia* à l'égard d'un coléoptère ravageur des denrées stockées *Rhyzopertha dominica*. Thèse de Doctorat en Biologie et Physiologie Animale. Université Larbi Tébessi, Tébessa. 142p.

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

Sayada, N., Tine, S., Tine-Djebbar, F., and Soltani, N. (2022). Evaluation of a botanical insecticide as toxicant, repellent and antifeedant against a stored product pest *Rhyzopertha dominica* (F). Applied Ecology and Environmental Research. 20(2):1301-1324. https://doi.org/10.15666/ aeer/2002_13011324

Schneider, W. C. (1957). Determination of nucleic acids in tissues by pentose analysis. In: Methods in Enzymology (Sidney, P. Colowick and Nathan, O. Kaplan, eds). Academic Press, New York.

Selim, S. A., Adam, M. E., Hassan, S. M., and Albalawi, A. R. (2014). Chemical composition, antimicrobial and antibiofilm activity of the essential oil and methanol extract of the Mediterranean cypress (*Cupressus sempervirens* L). BMC Complementary Medicine and Therapies. 14:179. https://doi. org/10.1186/1472-6882-14-179

Sendi, J. J., and Ebadollahi, A. (2014). Biological activities of essential oils on insects. Recent Progress in Medicinal Plants (RPMP): Essential Oils II. 37: 129-150.

Senthil-Nathan, S. (2013). Physiological and biochemical effect of neem and other Meliaceae plants secondary metabolites against Lepidopteran insects. Frontiers in Physiology. 4: 359. https://doi.org/10.3389/fphys.2013.00359

Shah, S., Hafeez, M., Wu, M. Y., Zhang, S. S., Ilyas, M., Wu, G., and Yang, F. L. (2020). Downregulation of chitin synthase A gene by diallyl trisulfide, an active substance from garlic essential oil, inhibits oviposition and alters the morphology of adult *Sitotroga cerealella*. Journal of Pest Science. 93: 1097-1106. https://doi.org/10.1007/s10340-020-01226-6

Shahab-Ghayoor, H., and Saeidi, K. (2015). Antifeedant activities of essential oils of *Satureja hortensis* and *Fumaria parviflora* against Indian Meal Moth *Plodia interpunctella* Hubner (Lepidoptera: Pyralidae). Entomology, Ornithology & Herpetology. 4(3): 1. http://dx.doi.org/10.4172/2161-0983.1000154

Shahriari, M., Sahbzadeh, N., Zibaee, A., Khani, A., and Senthil-Nathan, S. (2017). Metabolic response of *Ephestia kuehniella* Zeller (Lepidoptera: Pyralidae) to essential oil of Ajwain and thymol. Toxin Reviews. 36: 1-6. https://doi.org/10.1080/15569543.2017.1294605

Shen, C. R., Chen, Y. S., Yang, C. J., Chen, J. K., and Liu, C. L. (2010). Colloid chitin azure is a dispersible, low-cost substrate for chitinase measurements in a sensitive, fast, reproducible assay. Journal of Biomolecular Screening. 15(2): 213-217.

Shen, Z., and Jacobs-Lorena, M. (1997). Characterization of a novel gut-specific chitinase gene from the human malaria vector *Anopheles gambiae*. Journal of Biological Chemistry. 272(46) : 28895-28900.

Shibko, S., Koivistoinen, P., Tratyneck, C., Newhall, A., and Freidman, L. (1966). A method for the sequential quantitative separation and glycogen from a single rat liver homogenate or from a sub cellular fraction. Analytic Biochemistry. 19 : 415-428.

Shivanandappa, T., and Krishnakumari, M. K. (1981). Histochemical and biochemical changes in rats fed dietary benzene hexachloride. Indian Journal of Experimental Biology. 19(12): 1163-1168.

Shojaei, A., Talebi, K., Sharifian, I., and Ahsaei, S. M. (2017). Evaluation of detoxifying enzymes of *Tribolium castaneum* and *Tribolium confusum* (Col.: Tenebrionidae) exposed to essential oil of *Artemisia dracunculus* L. Biharean Biologist. 11(1): 5-9.

Singh, G., Kapoor, I., and Singh, P. (2010). Comparative study of chemical composition and antioxidant activity of fresh and dry rhizomes of turmeric (*Curcuma longa* Lin.). Food and Chemical Toxicology. 48(4): 1026-31.

Singh, K. D., Labala, R. K., Devi, T. B., Singh, N. I., Chanu, H. D., Sougrakpam, S., and Rajashekar, Y. (2017). Biochemical efficacy, molecular docking and inhibitory effect of 2, 3-dimethylmaleic anhydride on insect acetylcholinesterase. Scientific Reports. 7(1) : 12483.

Soe, T. N., Ngampongsai, A., and Sittichaya, W. (2020). Bioactivity of some plant essential oils for seed treatment against pulse beetle, *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae) on mung bean. Bulgarian Journal of Agricultural Science. 26(1) :141-147.

Sriti, J., Haj Salem, M., Aidi Wannes, W., Bachrouch, O., Mejri, H., Belloumi, S., and Limam, F. (2024). Antioxidant, antibacterial and insecticidal activities of cypress (*Cupressus sempervirens* L.) essential oil. International Journal of Environmental Health Research. 34(2): 1168-1179.

Steele J.E, (1981). The role of carbohydrate metabolism in physiological function. Pp: 103 133. IM R. G. H. Downer (eds): Energy metabolism insects plenum press, New york.

Su, H. C. (1991). Laboratory evaluation of toxicity of calamus oil against four species of stored-product insects. Journal of Entomological Science. 26(1): 76-80. https://doi.org/10.18474/0749-8004-26.1.76

Sugumaran, M. (2010). Chapter 5-Chemistry of Cuticular Sclerotization. In S. J. Simpson (Ed.), Advances in Insect Physiology. Academic Press. 39 :151‑209.

T

Talukder, F. A. (2006). Plant products as potential stored-product insect management agents-A mini review. Emirates Journal of Agricultural Science. 18(1): 17-32.

Tapondjou, A. L., Adler, C. F. D. A., Fontem, D. A., Bouda, H., and Reichmuth, C. H. (2005). Bioactivities of cymol and essential oils of *Cupressus sempervirens* and *Eucalyptus saligna* against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium confusum* du Val. Journal of Stored Products Research. 41(1): 91-102. https://doi.org/10.1016/j.jspr.2004.01.004

Tarigan, E. P., Momuat, L. I., and Suryanto, E. (2015). Karakterisasi dan aktivitas antioksidan tepung sagu baruk (*Arenga microcarpha*). Journal Mipa. 4(2): 125-130. https://doi.org/10.35799/jm.4.2.2015.9036

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

Teles, S., Pereira, J. A., Santos, C. H., Menezes, R. V., Malheiro, R., Lucchese, A. M., and Silva, F. (2013). Effect of geographical origin on the essential oil content and composition of fresh and dried Mentha× villosa Hudson leaves. Industrial Crops and Products. 46 : 1-7. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.12.009

Terra, W. R., and Ferreira, C. (2005). Biochemistry of digestion. In: Cilbert, LI, latrou K, Gill SS (eds), Comprehensive Molecular Insect Science. Biochemistry and Molecular Biology. Elsevier, Amsterdam. 4: 171-224.

Tine, S., Brahmi, A., and Yousfi, R. (2021). Lutte contre les ravageurs des stocks. Noor Publishing. ISBN: 978-620-3-85842-6

Tine, S., Soltani, M., and Abess, N. (2021). Utilisation des huiles essentielles dans la lutte contre les insectes des denrées stockées. Editions universitaires européennes. ISBN: 978-620-3-42165-1

Tine, S., Tine-Djebbar, F., Debab, A., Mesloub, A., and Soltani, N. (2023). Insecticidal efficacy and physiological effects of *Eucalyptus globulus* essential oil and its constituent, 1, 8-Cineole against *Tribolium confusum* (Jacquelin du Val, 1868) (Coleoptera, Tenebrionidae). Journal of Plant Diseases and Protection. 130(4): 769-780. https://doi.org/10.1007/ s41348-023-00766-0

Tine-Djebbar, F., Trad, M., Tine, AO., Tine, S., and Soltani, N. (2023). Effects of menthol on nutritional physiology and enzyme activities of the lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica* (F. 1792) (Coleoptera: Bostrichidae). Journal of Plant Disease Protection. 130: 509-518. https://doi. org/10.1007/s41348-023-00727-7

Tognolini, M., Barocelli, E., Ballabeni, V., Bruni, R., Bianchi, A., Chiavarini, M., and Impicciatore, M. (2006). Comparative screening of plant essential oils: phenylpropanoid moiety as basic core for antiplatelet activity. Life Sciences. 78(13): 1419-1432. https://doi.org/10.1016/j. lfs.2005.07.020

Topaktaş, M., Rencüzoğullari, E., and Idotla, H. B. (1996). In vivo chromosomal aberrations in bone marrow cells of rats treated with Marshal. Mutation Research/Genetic Toxicology. 371(3-4): 259-264. https://doi.org/10.1016/S0165-1218(96)90114-7

Tsujita, T., Ninomiya, H., and Okuda, H. (1989). p-nitrophenyl butyrate hydrolyzing activity of hormone-sensitive lipase from bovine adipose tissue. Journal of Lipid Research. 30(7): 997-1004.

Tumen, I., Süntar, I., Keleş, H., and Küpeli Akkol, E. (2012). A therapeutic approach for wound healing by using essential oils of Cupressus and Juniperus species growing in Turkey. Evidence- Based Complementary and Alternative Medicine. 1: 728281. https://doi.org/10.1155/2012/728281

V

Valizadeh, B., Jalali Sendi, J., Zibaee, A., and Oftadeh, M. (2013). Effect of Neem based insecticide Achook® on mortality, biological and biochemical parameters of elm leaf beetle *Xanthogaleruca luteola* (Col.: Chrysomelidae). Journal of Crop Protection. 2(3) : 319-330.

Varó, I., Navarro, J. C., Amat, F., and Guilhermino, L. (2002). Characterization of cholinesterases and evaluation of the inhibitory potential of chlorpyrifos and dichlorvos to *Artemia salina* and *Artemia parthenogenetica*. Chemosphere. 48(6): 563-569. https://doi.org/10.1016/S0045-6535(02)00075-9

Vijayaraghavan, C., Sivakumar, C., Kavitha, Z., and Sivasubramanian, P. (2010). Effect of plant extracts on biochemical components of cabbage leaf webber, *Crocidolomia binotalis* Zeller. Journal of Biopesticides. 3 (1): 275-277.

Vladimir, L., Jan, S., Frantisek, M., Vladimir, M., and Tomas, S. (1991). Methods for assessing exposure of human and non-human biota. In: Tardiffand RG, Goldstein B (eds) (F) SCOPE, p 265.

W

Weckbecker, G., and Cory, J. G. (1988). Ribonucleotide reductase activity and growth of glutathione-depleted mouse leukemia L1210 cells in vitro. Cancer letters. 40(3): 257-264.

X

Xie, Y. S., Bodnaryk, R.P., and Field, P.G. (1996). A rapid and simple flour-disk bioassay for testing substances active against stored-product insects. The Canadian Entomologist. 128: 865- 875.

Y

Yadav, J. S. (1971). Karyological studies on the three species of Bruchidae (Coleoptera). Caryologia. 24(2): 157-166. https://doi.org/10.1080/00087114.1971.10796423

Yazdani, E., Sendi, J. J., Aliakbar, A., and Senthil-Nathan, S. (2013). Effect of *Lavandula angustifolia* essential oil against lesser mulberry pyralid *Glyphodes pyloalis* Walker (Lep: Pyralidae) and identification of its major derivatives. Pesticide Biochemistry and Physiology. 107(2): 250-257. https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2013.08.002

Yazdani, E., Sendi, J. J., and Hajizadeh, J. (2014). Effect of *Thymus vulgaris* L. and *Origanum vulgare* L. essential oils on toxicity, food consumption, and biochemical properties of lesser mulberry pyralid *Glyphodes pyloalis* Walker (Lepidoptera: Pyralidae). Journal of Plant Protection Research. 54(1): 53-61.

Z

Zibaee, A., and Bandani, A. R. (2010). Effects of *Artemisia annua* L. (Asteracea) on the digestive enzymatic profiles and the cellular immune reactions of the Sunn pest, *Eurygaster integriceps* (Heteroptera: Scutellaridae), against *Beauveria bassiana*. Bulletin of Entomological Research. 100(2): 185-196.

Zibaee, A., and Stoytcheva, M. (2011). Botanical insecticides and their effects on insect biochemistry and immunity. Pesticides in the modern world-pests control and pesticides exposure and toxicity assessment. InTech. 55-68.

ANNEXE

VIII. ANNEXE

PRODUCTION SCIENTIFIQUE

1. PUBLICATIONS INTERNATIONALES

Abdelkader, M., Tine, S., Tine-Djebbar, F., & Soltani, N. (2024). Efficacy of *Cupressus sempervirens* essential oils against *Trogoderma granarium* everts (Coleoptera: Dermestidae). International Journal of Tropical Insect Science. 1-13. https://doi.org/10.1007/s42690-024-01204-w

2. COMMUNICATIONS INTERNATIONALES

Abdelkader Merzougui, Samir Tine, Fouzia Tine-Djebbar. Le 1er séminaire international sur l'agroalimentaire « SIA 2018 » 16-17 Octobre, 2018, Guelma. (Communication affichée).

Abdelkader Merzougui, Samir Tine, Fouzia Tine-Djebbar. 1st international seminar on food security and sustainable development in semi-arid regions 08-10 Decembre, sétif. (Communication affichée).

3. COMMUNICATION NATIONALES

Abdelkader Merzougui, Samir Tine, Fouzia Tine-Djebbar. Les Rencontres de l'Agriculture et de la Biologie. 05-07 mai 2018, Constantine (Communication affichée).

Abdelkader Merzougui, Samir Tine, Fouzia Tine-Djebbar. National Doctoral Day and Research Posters FSNV. 15 Decembre 2021, Souk Ahras.

4. FORMATIONS

- 1er Séminaire de formation en Analyse Physico Chimique et Biologique « CRAPC-SFAPCB 8 Juillet 2019 » : Chromatographie en phase gazeuse (GC-FID) et chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) -Tlemcen-
- Participation aux journées d'accompagnement des doctorants organisées les 09 et 10 décembre, 2018-bouira-
- Participation in workshops and practices « Scientific paper : How to succeed its reduction and publication » april 15-19,2018-Tebessa-
- Formation : Création d'un document scientifique avec Latex.
- Formation : Logiciel GraphPad Prism 7

Membre du comité d'organisation de la première journée scientifique sur la biodiversité, des gènes aux écosystèmes : méthodes innovantes d'évaluation (JSNB) 06 octobre 2019-Tébessa-

5. PROJET DE RECHERCHE

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

Code : "D01N01UN120120180005" Sous la direction du Dr. Tine Samir.

- 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.