

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE SAAD DAHLEB BLIDA 1
FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE
DEPARTEMENT DE BIOTECHNOLOGIES ET AGRO-ECOLOGIE



Mémoire de Fin d'études
En vue de l'obtention de Diplôme de Master Académique
Filière biotechnologies
Spécialité : Biotechnologie et valorisation des plantes.

**Recherche du potentiel insecticide chez quatre huiles essentielles en
vue de leur utilisation pour la conservation de quelques céréales et
leurs dérivés**

Présenté par :

BELHACENE Amira
MESSADI Ramzi
ZERMANE Soufiane

Soutenu le 07 juillet 2025
devant le jury composé de :

- Mme BACHIR K.	M.C.B	USDB1	Présidente
- Mme BOUTEKRABT N.	M.C.B	UALG1	Examinatrice
- Mme MOUMENE S.	Pr.	USDB1	Promotrice

Année universitaire : 2024/2025

Dédicace

À mes très chers parents

Ma deuxième maman Hafidha et ma grand-mère

À mon grand-père, qui nous a quittés

Aucune dédicace aussi parfaite et douce soit-elle, ne saurait exprimer mon affection, ma reconnaissance, ma gratitude, mon respect les plus profonds et tout l'amour que je vous porte.

Ce travail représente le fruit de votre soutien, vos sacrifices, votre confiance en moi et vos encouragements.

À ma sœur Yasmine, Nour El Houda, Alaa et Rym.

À mon frère Abderrahmane. À

ma cousine Radhia BEKAI À

mes cousins et mes cousines

Je vous dis merci pour votre soutien indéfectible et votre amour exceptionnel.

À tous mes amies

Lamia

À tous ceux qui me sont chers

Amira

Dédicace

À mes chers parents, Je vous dédie ce travail avec tout mon amour.

*Votre patience, vos sacrifices ont été les piliers de ma réussite. Sans
votre soutien, ce mémoire n'aurait jamais vu le jour.*

À mes frères Ayoub et Youcef

À ma sœur Meriem

Merci pour votre présence constante, vos conseils et votre complicité.

*Vous avez été des compagnons de route précieux, illuminant mes
journées même dans les moments difficiles.*

À mes grands-parents

À mes amis

*À vous tous, je dédie ce mémoire en signe de gratitude profonde. Vous
êtes ma force et ma motivation.*

Ramzi

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

À mes chers parents qui ont été toujours à mes côtés et m'ont toujours soutenu tout au long de ces longues années d'études. En signe de reconnaissance, qu'ils trouvent ici, l'expression de ma profonde gratitude pour ce qu'ils ont consenti d'efforts et de moyens pour me voir réussir dans mes études.

À ma sœur Soumia et mes frères Yasser et Moussab

À toute ma famille

Et à mes amies

Et à tous ceux qui aiment le bon travail et ne reculent pas devant les obstacles de la vie.

Soufiane

Remerciements

Avant tout, je remercie DIEU de m'avoir donné la force, santé, courage et de la patience pour l'élaboration de ce modeste travail.

Je tiens tout particulièrement à exprimer ma plus profonde gratitude et, mon profond respect à ma promotrice **Madame MOUMENE S.**, Professeur à l'université de Blida1 qui, a été un guide scientifique d'une grande sagesse tout au long de ce parcours. Son soutien indéfectible, ses conseils avisés, et son engagement envers ma réussite ont été des sources d'inspiration inestimables.

J'exprime ma profonde gratitude et mes chaleureux remerciements aux membres du jury : **Madame BACHIR K.**, Maitre de Conférence B à l'Université de Blida 1, pour avoir accepté de présider ce jury, c'est un honneur pour moi.

Madame BOUTEKRABT N., Maitre de conférences B., à l'université d'ALGER 1, d'avoir eu l'amabilité d'accepter de partager leurs connaissances et de faire partie de mon Jury en qualité d'examinatrice.

Je souhaite également remercier chaleureusement **Pr. ALLAL L.** directrice du laboratoire de Recherche des PAM, pour m'avoir offert l'opportunité de réaliser mes manipulations et pour la disponibilité du matériel nécessaire à ma recherche. Son soutien a été d'une grande aide dans l'aboutissement de ce travail.

Un grand merci pour **Mr Laichi Yassine et Mr Mohamed Abu Mustapha.** Pour sa collaboration fructueuse et, sa disponibilité à réaliser l'analyse phytochimique de nos échantillons d'huiles essentielles étudiés par CG-MS au niveau du CRAPC à Bousmaïl, wilaya de Tipaza. Son soutien, dévouement et confiance ont été déterminants dans l'avancée de ce projet.

Je remercie également Dr **Salmi I.**, du laboratoire de recherche des plantes médicinales et aromatiques pour sa contribution dans l'analyse statistique des résultats de ce projet.

Enfin, un grand merci à tous ceux qui, de près ou de loin, ont soutenu et encouragé ce travail.

Recherche du potentiel insecticide chez quatre huiles essentielles en vue de leur utilisation pour la conservation de quelques céréales et leurs dérivés

Résumé

Cette étude vise à évaluer l'efficacité insecticide de quatre huiles essentielles (*Lavandula spica*, *Rosmarinus officinalis* 2023 et 2024, *Salvia officinalis* et *Origanum vulgare*) pour la protection des denrées céréalieres. L'objectif porte sur l'analyse de leur composition chimique, leur efficacité en formulations fumigènes (émulsions et gels), ainsi que leurs effets comportementaux, létaux et histologiques sur *Tribolium castaneum*.

L'analyse phytochimique révèle une dominance des monoterpènes oxygénés (33,91 à 78,71 %) et une richesse exceptionnelle en phénols chez *O. vulgare* (carvacrol 54,66 %, thymol 20,68 %). À 24 heures, les gels préparés à base de sauge et de romarin présentent déjà des mortalités élevées (90 à 98 %), atteignant 96 à 100 % à 48 h, alors que les émulsions nécessitent 72 h pour obtenir des résultats comparables. L'émulsion d'origan reste la moins efficace (30 % à 72 h). Les analyses histologiques confirment des altérations neurotoxiques et cuticulaires marquées avec les huiles de lavande, sauge et romarin, tandis que les témoins conservent une structure intacte. Ces résultats soulignent l'importance de la forme galénique dans l'efficacité insecticide, les gels améliorant la diffusion et l'action des composés. Ainsi, les huiles essentielles, notamment en formulation gélifiée, apparaissent comme des alternatives naturelles prometteuses aux insecticides de synthèse, dans une approche durable et écoresponsable.

Mots clés : Huiles essentielles, Fumigation, Formulation galénique, Mortalité, Altération neuro-cuticulaire.

Investigation of the Insecticidal Potential of Four Essential Oils for the Preservation of Selected Cereals and Their Derivatives

Abstract

This study aims to evaluate the insecticidal effectiveness of four essential oils (*Lavandula spica*, *Rosmarinus officinalis* 2023 and 2024, *Salvia officinalis*, and *Origanum vulgare*) for the protection of cereal products. The objective focuses on analyzing their chemical composition, their effectiveness in fumigant formulations (emulsions and gels), and their behavioral, lethal, and histological effects on *Tribolium castaneum*.

Phytochemical analysis revealed a predominance of oxygenated monoterpenes (ranging from 33.91% to 78.71%) and an exceptionally high phenol content in *O. vulgare* (carvacrol 54.66%, thymol 20.68%). After 24 hours, gels based on sage and rosemary already induced high mortality rates (90 to 98%), reaching 96 to 100% at 48 hours, whereas emulsions required up to 72 hours to achieve similar effects. The oregano emulsion remained the least effective, with only 30% mortality at 72 hours.

Histological analysis confirmed pronounced neurotoxic and cuticular alterations with lavender, sage, and rosemary oils, while control insects maintained intact tissue structure. These results highlight the importance of the formulation type in insecticidal efficacy, with gels enhancing the diffusion and bioavailability of active compounds. Therefore, essential oils particularly in gel form emerge as promising natural alternatives to synthetic insecticides within a sustainable and eco-friendly approach.

Keywords: Essential oils, Fumigation, Galenic formulation, Mortality, Neurocuticular alteration

دراسة الفعالية الحشرية لأربع زيوت أساسية بهدف استخدامها في حفظ بعض الحبوب ومشتقاتها

الملخص

تهدف هذه الدراسة إلى تقييم الفعالية الحشرية لأربع زيوت أساسية، *Lavandula spica*، *Rosmarinus officinalis* (2023,2024)، *Salvia officinalis* et *Organum vulgare* من أجل حماية المنتجات الحبوبية. يركز الهدف على تحليل التركيب الكيميائي لهذه الزيوت، وفعاليتها عند استخدامها في تركيبات تبخيرية (كالمستحلبات والمواد الهلامية)، بالإضافة إلى تأثيراتها السلوكية والقاتلة والنسجية على الحشرة المخزنية *Tribolium castaneum*.

أظهرت التحاليل الكيميائية النباتية هيمنة المركبات المونوتربينية المؤكسدة (بنسب تتراوح بين 33.91% و78.71%)، ووجود نسبة عالية واستثنائية من الفينولات في زيت *Origanum vulgare* (كارفاكرول 54.66% وثايمول 20.68%). بعد 24 ساعة من المعالجة، أظهرت المواد الهلامية المحضرة من المريمية وإكليل الجبل معدلات وفيات مرتفعة (بين 90% و98%)، لتصل إلى 96%-100% بعد 48 ساعة، في حين احتاجت المستحلبات إلى 72 ساعة لتحقيق نتائج مماثلة. أما مستحلب الأوريغانو فقد كان الأقل فعالية، مسجلاً معدل وفيات لا يتجاوز 30% بعد 72 ساعة.

أكدت التحاليل النسجية وجود تغيرات عصبية وجلدية واضحة في الحشرات المعالجة بزيوت اللافندر والمريمية وإكليل الجبل، في حين حافظت الحشرات غير المعالجة (الشاهد) على سلامة بنيتها النسيجية. تبرز هذه النتائج أهمية الشكل الصيدلاني (التركيب) في فعالية الزيوت الحشرية، حيث تسهم المواد الهلامية في تحسين انتشار المركبات النشطة وتفعيلها. وبذلك، تظهر الزيوت الأساسية، خصوصاً في شكلها الهلامي، كبديل طبيعي واعدة للمبيدات الحشرية الصناعية، ضمن نهج زراعي مستدام وصديق للبيئة.

الكلمات المفتاحية

الزيوت الأساسية، التبخير، التركيبة الصيدلانية، الوفيات، تغيير في الجلد العصبي

Table des matières

INTRODUCTION	1
1 REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	
1.1 Généralités sur les plantes étudiées (<i>Lavandula spica</i> , <i>Rosmarinus officinalis</i> , <i>Salvia officinalis</i> , <i>Origanum vulgare</i>)	4
1.1.1 Aperçu sur <i>Lavandula spica</i>	4
1.1.1.1 Dénominations binomiales et vernaculaires	5
1.1.1.2 Taxonomie	5
1.1.1.3 Chimiodiversité et propriétés biologiques	5
1.1.2 Aperçu sur <i>Rosmarinus officinalis</i>	6
1.1.2.1 Dénominations binomiales et vernaculaires	7
1.1.2.2 Taxonomie	7
1.1.2.3 Chimiodiversité et propriétés biologiques	7
1.1.3 Aperçu sur <i>Salvia officinalis</i>	8
1.1.3.1 Dénominations binomiales et vernaculaires	9
1.1.3.2 Taxonomie	9
1.1.3.3 Chimiodiversité et propriétés biologiques	9
1.1.4 Aperçu sur <i>Origanum vulgare</i>	10
1.1.4.1 Dénominations binomiales et vernaculaires	11
1.1.4.2 Taxonomie	11
1.1.4.3 Chimiodiversité et propriétés biologiques	11
1.2 Généralités sur l'insecte <i>Tribolium castaneum</i>	12
1.2.1 Classification	12
1.2.2 Description morphologique de l'insecte	12
1.2.3 Origine et répartition	13
1.2.4 Impacts et pertes	13
1.2.5 Cycle biologique	14
1.2.6 Moyens de lutte	14
1.3 Types de formulations insecticides à base d'huiles essentielles et leurs mode d'action	15

2 MATERIEL ET METHODES

2.1 Matériel biologique	17
2.1.1 Matériel végétale	17
2.1.2 Matériel animale	18
2.2 Méthodes d'études	19
2.2.1 Analyse chimique des huiles essentielles	19
2.2.2 Etude du potentiel insecticide des traitements à base d'huiles essentielles	20
2.2.2.1 Elevage en masse de l'insecte	20
2.2.2.2 Préparation des traitements	22
2.2.2.2.1 Préparation des émulsions huileuses	22
2.2.2.2.2 Préparation des formulations huileuses	22
2.2.2.3 Test de fumigation	22
2.2.3 Étude histologique des effets fumigènes des émulsions à base d'huiles essentielles sur Tribolium castaneum	24
2.2.3.1 Préparation et observation microscopiques	24
2.2.3.2 Analyse et interprétation des images microscopiques	25
2.2.4 Analyse statistique	26

3 RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Analyses phytochimiques des huiles essentielles	28
3.2 Effet fumigène des émulsions et des formulations huileuses	35
3.2.1 Effet fumigène des émulsions huileuses	35
3.2.1.1 Manifestations comportementales et létales chez Tribolium castaneum	35
3.2.1.2 Variabilité du potentiel insecticide des émulsions	36
3.2.2 Effet fumigène des gels huileux	37
3.3 Modifications structurales induites par l'effet fumigène des émulsions huileuses chez Tribolium castaneum	42

CONCLUSION	45
-------------------	----

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	48
------------------------------------	----

Liste des figures

Figure 1 : Morphologie de <i>Lavandula spica</i> au stade de floraison .	4
Figure 2 : Morphologie de <i>Rosmarinus officinalis</i> au stade de floraison .	6
Figure 3 : Morphologie de <i>Salvia officinalis</i> au stade de floraison .	8
Figure 4 : Morphologie d' <i>Origanum vulgare</i> .	10
Figure 5 : Aspect morphologique de <i>Tribolium castaneum</i> .	13
Figure 6 : Morphologie des adultes de <i>Tribolium castaneum</i> observée sous loupe binoculaire (Grossissement 10×2,5) .	18
Figure 7 : Appareillage de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS).	20
Figure 8 : Morphologie des larves (a) et des adultes (b) de <i>Tribolium castaneum</i> .	21
Figure 9 : Dispositif d'élevage en masse de l'insecte étudié sur semoule .	21
Figure 10 : Morphologie des cadavres de <i>Tribolium castaneum</i> .	35
Figure 11 : Taux de mortalité enregistrés sur les adultes de <i>Tribolium castaneum</i> exposés à l'effet fumigène des émulsions (a) et des gels (b) préparés à base d'huiles essentielles, selon les périodes d'incubation .	40
Figure 12 : Modifications structurales suite à l'effet fumigène des émulsions huileuses chez <i>Tribolium castaneum</i> (coloration H&E) .	43

Liste des tableaux

Tableau 1 : Données sur les échantillons d'huiles essentielles étudiées.	18
Tableau 2 : Composition chimique par classe des terpènes des huiles essentielles étudiées.	29
Tableau 3 : Identification des chémotypes d'huiles essentielles étudiées sur la base des composés majoritaires à potentiel insecticide identifiés par CG-MS.	31
Tableau 4 : Identification des composés majoritaires à potentiel insecticide selon les échantillons d'huiles essentielles étudiés.	33
Tableau 5 : Taux de mortalité enregistrés sur les adultes de <i>Tribolium castaneum</i> exposés à l'effet fumigène des émulsions préparées à base d'huiles essentielles, selon les périodes d'incubation.	36
Tableau 6 : Taux de mortalité enregistrés sur les adultes de <i>Tribolium castaneum</i> exposés à l'effet fumigène des gels préparés à base d'huiles essentielles, selon les périodes d'incubation.	38

Liste des Acronymes & Abréviations

ANOVA : Analyse de variance one way

C : Cuticule

C : Nombre d'insectes témoins vivants

CCN : Corps cellulaires neuronaux

CL50 : Concentration létale du 50% de mortalité

COV : Composés organiques volatils

Dp : Dépôts pigmentaires

EPI : Épiderme

Ev : Espaces vacuolaires

eV : La valeur de l'électronvolt

Fc : Fragment du cuticule

G : Ganglion

GC : Chromatographe en phase gazeuse

H : Heure

H&E : Hélatoxyline-éosine

HE : Huile essentielle

LAS : Lavandula spica

LMB : Lésions membranaires

MS : Détecteur spectromètre de masse

N° : Numéro

Np : Corps de neutrophile

Npq : Noyaux pycnotiques

ORI : Origanum vulgare

RM 23 : Rosmarinus officinalis (2023)

RM 24 : Rosmarinus officinalis (2024)

SAU : Salvia officinalis

T : Nombre d'insectes traités vivants

Ta : Tissus adipeux

Tc : Tissu conjonctif

TM : Taux de mortalité corrigé des insectes

Tm : Tissus musculaires

TL50 : Élimination de 50% de population traitée

Ts : Tissus périphériques

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les plantes médicinales et aromatiques depuis toujours occupe une place centrale dans les pratiques traditionnelles et modernes grâce à leur situation composée bioactif ou multiples propriétés pharmacologique thérapeutique et insecticide (Bravo Cadenas et *al.*, 2020).

La valorisation de ces extraits végétaux notamment les huiles essentielles s'écrit dans une dynamique de développement durable et d'innovation offrant des alternatives naturelles aux pesticides chimiques souvent coûte et polluant (Turek et Strintzing , 2013).

La conservation des céréales qui constitue la base de l'alimentation mondiale et un pilier économique majeur est un enjeu crucial face aux pertes post récolte (FAO , 2013). Celle que l'humidité les moisissures le développement de champignons mycotoxigènes (Megan et Alfred, 2007).

Et surtout l'attestation par des insectes ravageurs parmi ces derniers *tribolium castaneum* demeure l'un des insectes les plus nuisibles il s'attaque au grain entier et leurs produits transformés entraînant une diminution de leur masse une altération des qualités organoleptique ainsi qu'une contamination physique et biologique affectant ainsi la qualité sanitaire et marchande des produits stockés (Tedjini et *al.*, 2020 ; Reguibi , 2021).

L'utilisation d'insecticide chimique reste la méthode la plus appliquée dans les systèmes de stockage cependant leur utilisation intensive et non raisonnée soulève de sérieuse préoccupation dont, l'accumulation de résidus toxique dans les aliments, apparition de la résistance chez les insectes, la pollution des sols et de l'air, et les risques sur la santé humaine (Pimental, 2005 ; Isman, 2006 ; Aktar et *al.*, 2009).

Dans cette optique les huiles essentielles extraites de plantes aromatiques apparaissant comme une solution promotrice elles sont reconnues pour leur propriété insecticide et répulsive attribuer à la richesse en composés bioactifs volatils (Nerio et *al.* , 2010 ; Regnault et *al.*, 2009).

Des recherches récentes en mis en évidence l'efficacité huile essentielles issue de *Mentha pulegium*, *Lavandula stoechas* et *Ruta champensis* vis-à-vis de *Tribolium castaneum*, notamment grâce à leur composé aller au chimique tel que la pulégone, le camphre et le 2-undécane (Benchikha et *al.*, 2020).

D'autres travaux ont confirmé que l'application par fumigation constitue une méthode de traitement efficace permettant une diffusion homogène des principes actifs au sein de lot de grains, même en présence de substrat et si Blanc les insectes dans leurs refuges (Reguibi, 2022 ; Dadju et Rehif, 2021).

En revanche, les huiles essentielles présentent une certaine instabilité liée à leur volatilité et leur sensibilité à l'oxydation cependant certains travaux ont affirmé que leur incorporation dans des matrices gélifiées à base de polymère naturel permis d'améliorer leur stabilité physique ou chimique prolonger leur durée d'action et faciliter leur application à grande échelle (Kumar et *al.*, 2021 ; Patel et *al.*, 2022).

Dans cette perspective le présent travail vise l'évaluation de potentialité bio-insecticide de 5 huiles essentielles en vue de formuler des fumigan biologique performant vis-à-vis de *Tribolium castaneum*, et les appliquer au cours de la conservation des céréales et de leur dérivés.

1. REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1 REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 Généralités sur les plantes étudiées (*Lavandula spica*, *Rosmarinus officinalis*, *Salvia officinalis*, *Origanum vulgare*):

De nombreuses médicinales et aromatiques sont, largement utilisées en phytothérapie et en protection des cultures. Ces plantes, telles que la lavande aspic (*Lavandula spica*), le romarin (*Rosmarinus officinalis*), la sauge (*Salvia officinalis*) et l'origan (*Origanum vulgare*) sont reconnues pour la richesse et la diversité de leurs huiles essentielles, dont l'activité biologique suscite un intérêt croissant pour la gestion durable des ravageurs des denrées stockées (Krzyżowski et *al.*, 2020).

1.1.1 Aperçu sur *Lavandula spica* :

La lavande aspic (*Lavandula spica* L., syn. *Lavandula spica* Medik.) est une plante aromatique vivace de la famille des Lamiacées, caractéristique du bassin méditerranéen occidental. Elle est largement reconnue pour la richesse de son huile essentielle, utilisée en parfumerie, aromathérapie, phytothérapie et pour ses propriétés antimicrobiennes et insecticides. C'est une plante herbacée à tiges ramifiées, feuilles linéaires et fleurs bleu pâle à violettes, regroupées en épis terminaux. Elle pousse spontanément sur les coteaux calcaires, entre 200 et 800 m d'altitude, principalement en Espagne, au sud de la France, au Maroc et en Algérie (Lis-Balchin, 2002 ; Boutekedjiret et *al.*, 2003).



Figure 01 : Morphologie de *Lavandula spica* au stade de floraison (François couplan, 2013)

1.1.1.1 Dénominations binomiales et vernaculaires :

Selon Marchica (2021), cette espèce végétale les dénominations suivantes :

- Nom binomial : *Lavandula latifolia* Medik.
- Nom vernaculaire français : Lavande spica, Lavande à larges feuilles.
- Nom vernaculaire anglais : Spike lavender.
- Nom vernaculaire arabe : خزامى (Khazama).

1.1.1.2 Taxonomie :

D'après Plant List (2013), l'espèce végétale étudiée est classée comme suit :

- Règne : Plantae
- Division : Magnoliophyta
- Classe : Magnoliopsida
- Ordre : Lamiales
- Famille : Lamiaceae
- Genre : *Lavandula*
- Genre-espèce : *Lavandula latifolia*.

1.1.1.3 Chimiodiversité et propriétés biologiques :

La lavande aspic est une espèce aromatique riche en métabolites secondaires. Ces composés phytochimiques présentent d'importantes valeurs biologiques et économiques, parmi lesquels figurent principalement les terpènes nommés communément les huiles volatiles. Ces dernières se distinguent en monoterpènes, sesquiterpènes, ainsi que en diterpènes et, triterpènes (Abdelaty, 2020).

Les mono- et sesquiterpènes sont respectivement des isoprénoïdes à dix et quinze atomes de carbone. Ils constituent les fractions majeures des huiles essentielles de lavande. Leur biosynthèse s'effectue par condensation de précurseurs universels à cinq carbones, l'isopentényldiphosphate et le diméthylallyldiphosphate, issus de deux voies métaboliques indépendantes (Romano, 2013).

L'huile essentielle de *Lavandula spica*, extraite par distillation à la vapeur d'eau des fleurs séchées, se distingue par sa composition chimique complexe et son parfum caractéristique. Elle possède également des propriétés antibactériennes notables, actives contre divers germes pathogènes (Benine Mohamed Lamine, 2015). En termes de rendement, il est généralement nécessaire d'utiliser environ 130 kg de fleurs sèches pour obtenir un litre d'huile

essentielle, la distillation durant approximativement une heure et demie (Couic-Marinier, 2017).

L'Analyse chimique de l'huile essentielle de *Lavandula spica* a permis d'identifier 35 composés représentant entre 93,3 % et 99,0 % de la fraction volatile totale.

Les principaux constituants sont les monoterpènes oxygénés, notamment le 1,8-cinéole (6,6–57,1 %), le linalol (3,7–61,1 %) et le camphre (1,1–46,7 %), qui à eux seuls représentent plus de 70 % de la composition totale de l'huile (Herraiz-Peñalver et *al.*, 2013).

La diversité chimique des huiles essentielles de *Lavandula spica* se traduit par l'existence de trois chémotypes principaux : le chémotype linalol, le chémotype 1,8-cinéole et le chémotype camphre. Cette variabilité est particulièrement étudiée pour sa valeur en chimiotaxonomie et son potentiel industriel, notamment en Espagne où *L.spica* est la seule espèce exploitée à grande échelle (Pérez-Bonilla, 2018).

1.1.2 Aperçu sur *Rosmarinus officinalis* :

L'espèce *Rosmarinus officinalis* L., ou romarin, est un arbuste aromatique vivace de la famille des Lamiacées, largement utilisé en phytothérapie, en alimentation et dans l'industrie pour la richesse et la diversité de ses métabolites secondaires et de ses huiles essentielles. C'est une plante à feuilles persistantes, originaire du bassin méditerranéen, cultivée ou récoltée à l'état spontané dans de nombreuses régions d'Afrique du Nord et d'Europe du Sud. Il est traditionnellement utilisé pour traiter les troubles digestifs, la fatigue, les infections bénignes et comme tonique général (Vidal, 2012).



Figure 02 : Morphologie de *Rosmarinus officinalis* au stade floraison (François couplan, 2013).

1.1.2.1 Dénominations binomiales et vernaculaires :

Selon Hilan, (2006), le romarion présente les dénominations suivantes :

- Nom binomial : *Rosmarinus officinalis* L.
- Nom vernaculaire français : Romarin
- Nom vernaculaire anglais : Rosemary
- Nom vernaculaire arabe : إكليل الجبل (Iklil al-Jabal).

1.1.2.2 Taxonomie :

Selon Walker et *al.* (2004), le romarin est classé comme suit :

- Règne : Plantae
- Embranchement : Magnoliophyta
- Classe : Magnoliopsida
- Ordre : Lamiales
- Famille : Lamiaceae
- Genre : *Rosmarinus*
- Genre -espèce : *officinalis*

1.1.2.3 Chimiodiversité et propriétés biologiques :

Le romarin (*Rosmarinus officinalis* L.) se distingue par sa richesse en métabolites secondaires, notamment les alcaloïdes, flavonoïdes, acides phénoliques, saponines et anthraquinones, qui sont à l'origine de ses nombreuses propriétés biologiques et thérapeutiques (Moghadam, 2023 ; Hamdoon, 2024). Ces composés, dont la nature et la concentration varient selon des facteurs tels que les conditions environnementales, le stade de développement de la plante et les méthodes d'extraction, jouent un rôle essentiel dans la défense contre les stress biotique et abiotique, ainsi que dans l'interaction avec l'environnement (Moghadam, 2023). Le romarin produit principalement deux grandes catégories de métabolites secondaires : les composés volatils, constituant l'huile essentielle extraite par distillation à la vapeur des sommités fleuries, et les composés non volatils, essentiellement des polyphénols (El Bouzidi et *al.*, 2024).

Le rendement en huile essentielle du romarin varie généralement entre 1 et 2,5 % du poids de matière sèche selon la période de récolte, la région et la méthode d'extraction (Djousse, 2022 ; Haddou & Hammouche, 2024). Cette huile est reconnue pour ses propriétés antioxydantes, antimicrobiennes, anti-inflammatoires et insecticides (Boudjelal et *al.*, 2021).

L'analyse chimique de cette huile révèle une prédominance de monoterpènes tels que le 1,8-cinéole, l' α -pinène, le camphre et le bornéol, dont la proportion dépend de l'origine géographique, de la saison de collecte et de la composition du sol, suggérant l'existence de divers chémotypes, notamment : 1,8-cinéole, camphre-bornéol, α -pinène-verbénone et myrcène (Bendimerad et *al.*, 2019 ; Flamini, 2022 ; El Bouzidi et *al.*, 2024). Cette diversité chimique confère au romarin une large gamme d'applications en médecine traditionnelle et dans l'industrie, justifiant l'intérêt porté à l'étude des facteurs influençant la composition de ses métabolites secondaires et leur impact sur la bioactivité de la plante (Hamdoon, 2024).

1.1.3 Aperçu sur *Salvia officinalis* :

L'espèce *Salvia officinalis* L., communément appelée sauge officinale, est une plante aromatique et médicinale de la famille des Lamiacées, originaire du bassin méditerranéen. Elle est largement utilisée en phytothérapie, en alimentation et dans la production d'huiles essentielles pour ses propriétés antimicrobiennes, antioxydantes et insecticides (Bozin et *al.*, 2007). La sauge officinale est un sous-arbrisseau vivace, à feuilles ovales, gris-vert et à fleurs bleu-violet disposées en épis. Elle pousse spontanément dans les régions tempérées et méditerranéennes, sur des sols bien drainés et ensoleillés (Baricevic & Bartol, 2000).



Figure 03 : Morphologie de *Salvia officinalis* au stade floraison (Loïc Fruleux, 2009).

1.1.3.1 Dénominations binomiales et vernaculaires :

Marchica (2021) a cité les dénominations suivantes pour cette plante :

- Nom binomial : *Salvia officinalis* L.
- Nom vernaculaire français : Sauge officinale.
- Nom vernaculaire anglais : Common sage.
- Nom vernaculaire arabe : المريمية (Al-Maryamiya).

1.1.3.2 Taxonomie :

Loïc Fruleux (2009) a établi la classification de la plante comme suit :

- Règne : Plantae
- Sous-règne : Tracheobionta
- Division : Magnoliophyta
- Classe : Magnoliopsida
- Sous-classe : Asteridae
- Ordre : Lamiales
- Famille : Lamiaceae
- Genre : *Salvia*
- Genre et Espèce : *Salvia officinalis*

1.1.3.3 Chimiodiversité et propriétés biologiques :

Chez *Salvia officinalis*, les métabolites secondaires identifiés, tels que les composés phénoliques, les terpénoïdes et les composés organiques volatils (COV), présents dans les extraits de feuilles et les huiles essentielles, sont à l'origine de nombreuses propriétés bénéfiques. Leur diversité et leurs activités biologiques sont fortement influencées par les conditions environnementales, contribuant ainsi à la tolérance de la sauge aux stress abiotiques, tels que la salinité et la sécheresse (Marchica, 2021). L'huile essentielle de *Salvia officinalis*, principalement extraite des feuilles, représente généralement entre 1 et 2,5 % de la masse de la plante, bien que le rendement puisse varier selon les conditions de culture et les méthodes d'extraction ; un rendement de 0,53 % a notamment été rapporté par El Amrani et *al.* (2021) et, Djoussé (2022).

La composition chimique de cette huile essentielle dépend de l'origine géographique et des conditions de culture, mais elle se caractérise fréquemment par une forte teneur en cétones, notamment la thuyone (35 à 70 %, mélange d' α -thuyone et de β -thuyone) et le camphre (8 à 37 %), ainsi que par la présence de monoterpènes tels que le limonène et le 1,8-cinéole (8 à 24 %), les sesquiterpènes (8 à 15 %) et de bornéol. D'autres composés importants incluent le salviol, le viridiflorol, le linalol, le caryophyllène et le trans-caryophyllène, ainsi que divers flavonoïdes, diterpènes et triterpènes (Öztürk et *al.*, 2018 ; Jouad et *al.*, 2018). Plusieurs chimotypes de *Salvia officinalis* ont été décrits selon la composition dominante de leur huile essentielle : le chimotype camphre-thuyone-cinéole, caractérisé par une forte proportion de camphre, d' α - et de β -thuyone, et de 1,8-cinéole ; le chimotype camphre-linalol, présentant des teneurs plus élevées en linalol et en bornéol ; et le chimotype thuyone-viridiflorol, où la thuyone et le viridiflorol prédominent (Öztürk et *al.*, 2018 ; Jouad et *al.*, 2018).

1.1.4 Aperçu sur *Origanum vulgare* :

L'*Origanum vulgare* L. est une plante aromatique vivace de la famille des Lamiacées, largement répandue dans le bassin méditerranéen et utilisée en phytothérapie, en alimentation et pour la production d'huiles essentielles. Ces dernières sont reconnues pour leurs propriétés antimicrobiennes, antioxydantes et insecticides (Adiguzel et *al.*, 2009). L'Origan se caractérise par des tiges dressées, des feuilles ovales et des inflorescences terminales en panicules. Il pousse spontanément sur des sols calcaires et secs, principalement en Europe du Sud, en Afrique du Nord et en Asie occidentale (Kintzios, 2002).



Figure 04 : Morphologie d'*Origanum vulgare* (François couplan, 1987 ; François couplan, 2013).

1.1.4.1 Dénominations binomiales et vernaculaires :

Selon Dssarim (2011), l'origan possède les dénominations suivantes :

- Nom binomial : *Origanum vulgare* L.
- Nom vernaculaire français : Origan vulgaire, Origan commun.
- Nom vernaculaire anglais : Oregano.
- Nom vernaculaire arabe : زعتر (Zaâtar).

1.1.4.2 Taxonomie :

- Règne : Planta
- Classe : Magnoliopsida
- Ordre : Lamiales
- Famille : Lamiacées
- Genre : *Origanum*
- Genre et espèce : *O. vulgare*

1.1.4.3 Chimiodiversité et propriétés biologiques

L'espèce *Origanum vulgare* est une plante aromatique reconnue pour sa richesse en métabolites secondaires, en particulier les monoterpènes phénoliques tels que le thymol et le carvacrol, qui lui confèrent d'importantes propriétés antimicrobiennes et antioxydantes. Ces composés majeurs, accompagnés de p-cymène et de γ -terpinène, contribuent à la fois à l'arôme caractéristique de la plante et à son activité biologique. Par ailleurs, la présence de polyphénols et de flavonoïdes renforce l'effet antioxydant et anti-inflammatoire de l'origan. La biosynthèse de ces métabolites secondaires s'effectue principalement via les voies du shikimate et de l'acétate-malonate, et leur concentration varie en fonction des conditions de culture, de la variété, et d'autres facteurs environnementaux, influençant ainsi la qualité et l'efficacité des extraits utilisés en phytothérapie (Dssarim, 2011). L'huile essentielle d'origan, extraite principalement pendant la période de floraison où sa teneur est maximale, est particulièrement riche en phénols monoterpénoïdes, le thymol et le carvacrol représentant jusqu'à 90 % de sa composition. Cette huile essentielle présente une forte activité antimicrobienne, notamment contre divers agents pathogènes d'origine alimentaire tels que *Bacillus cereus*, *Escherichia coli*, *Listeria monocytogenes*, *Pseudomonas* sp., *Salmonella enterica*, *Staphylococcus aureus* et *S. epidermidis*, ce qui explique son utilisation répandue dans l'industrie agroalimentaire pour ses propriétés conservatrices et aromatisantes (Bejenaru, 2017). Le rendement en huile essentielle d'*Origanum vulgare* est influencé par de nombreux facteurs, notamment la localisation géographique, la variabilité génétique, la saison de récolte, le stade de développement de la

plante, la partie utilisée, ainsi que les conditions de séchage et du stockage post -récolte (Maithani, 2023).

L'analyse chimique de l'huile essentielle d'O. vulgare révèle une prédominance de phénols (carvacrol et thymol, 78,16 %), suivis d'hydrocarbures tels que le 1-isopropyl-2-méthylbenzène, le γ -terpinène, le β -caryophyllène et l' α -caryophyllène (10,95 %), ainsi que du linalol (3,47 %), de terpénoïdes (β -pinène, cinéole, bornéol, 4,39 %), de l'acétate de terpinyle (0,93 %) et de l'oxyde de caryophyllène (0,83 %) (Bejenaru, 2017).

1.2 Généralités sur l'insecte *Tribolium castaneum* :

Notre étude porte sur un insecte ravageur commun des denrées stockées, fréquemment rencontré dans les espaces de stockage.

1.2.1 Classification :

D'après Perrier, (1964), l'espèce *Tribolium castaneum* (Herbst.) appartient à :

- Règne:Animal
- Embranchement : Arthropodes
- Classe : Hexapodes
- Ordre : Coléoptères
- Famille : Tenebrionidés
- Genre : *Tribolium*
- Espèce: *castaneum*

1.2.2 Description morphologique de l'insecte :

Tribolium castaneum est un coléoptère de la famille des Ténébrionidés, mesurant environ 3 à 4 mm de long, caractérisé par un corps allongé et des élytres striés (Fig.5) (Smith & Johnson, 2023). Les adultes sont capables de voler sur de courtes distances, ce qui facilite leur dispersion dans les installations de stockage des céréales (Martinez & Rogers, 2024). En cas de forte densité, *T. castaneum* peut adopter un comportement cannibale, se nourrissant des œufs et des stades immatures, influençant ainsi la dynamique des populations (Williams & Lee, 2023). Des recherches récentes ont également mis en évidence l'efficacité des huiles essentielles de thym comme agents insecticides, affectant tant les larves que les adultes (Williams & Lee, 2023).



Figure 05 : Aspect morphologique de *Tribolium castaneum* (Johnson et *al.*, 2013 in Boutekrabt, 2020).

1.2.3 Origine et répartition :

L'insecte *Tribolium castaneum* est originaire d'Inde. Il devient aujourd'hui cosmopolite et fréquemment présent dans les lieux de stockage où la température est élevée (Arab, 2018). Il infeste principalement les céréales stockées sous forme de grains ou de farine. Son alimentation comprend également les noix, fruits secs, légumineuses, épices ainsi que divers aliments transformés. Ce ravageur ne s'attaque pas aux grains ou noix sains et intacts, mais préfère se nourrir des grains cassés. Par ailleurs, il est connu pour consommer d'autres insectes présents dans les produits stockés ainsi que leurs œufs (Johnson et *al.*, 2013).

1.2.4 Impacts et pertes

Cet insecte ravageur infeste particulièrement les farines en creusant des galeries, ce qui confère une coloration brunâtre au produit infecté. De plus, il sécrète une substance riche en quinones, responsable d'une odeur désagréable caractéristique du lot contaminé. Sur les graines d'arachide, cet insecte provoque une augmentation de la teneur en acides gras dans l'huile extraite. Il attaque également de nombreuses autres denrées telles que le blé, le maïs, l'orge, le sorgho, le millet, le manioc, l'igname, le coton, le ricin, le cacao, les pois, les haricots, les noix, les fruits secs et les épices (Campbell et Runnion, 2003). L'infestation par *Tribolium castaneum* favorise souvent le développement de moisissures, lesquelles contribuent à la dégradation de la qualité et à la diminution de la valeur nutritionnelle des aliments stockés (Camara, 2009).

1.2.5 Cycle biologique :

Cet insecte coléoptère est à métamorphose complète (holométabole). Son cycle de vie comprend quatre stades : œuf, larve, nymphe et adulte. La femelle pond entre 400 et 800 œufs en vrac sur les grains ou dans la farine, qui éclosent en environ 5 jours à 30 °C (Gueye et *al.*, 1997 ; Planet-Vie ENS, 2023). Les larves, mobiles et blanches, passent par 5 à 11 mues durant une période d'environ 3 semaines, avant de se nymphoser dans le même substrat alimentaire, sans cocon. La nymphose dure de 9 à 17 jours, au terme de laquelle émergent les adultes, qui se nourrissent des mêmes aliments que les larves (Gueye et *al.*, 1997 ; Safi, 2019). Le cycle complet dure en moyenne 28 à 33 jours sous des conditions optimales (27-31 °C, humidité relative autour de 70 %), mais peut s'allonger en fonction de la température, de l'humidité et du type de substrat (Ajol, 2017, Safi, 2019). La longévité des adultes varie de 2 à 8 mois selon les conditions environnementales, avec une capacité de reproduction importante (Gueye et *al.*, 1997).

1.2.6 Moyens de lutte :

Les méthodes de lutte contre ce ravageur des stocks reposent principalement sur l'emploi de pesticides de synthèse, cependant, ces derniers présentent de nombreux inconvénients, notamment le développement de l'accoutumance et de la résistance chez l'insecte (Benhalima et *al.*, 2004). L'utilisation excessive et désordonnée de ces pesticides a provoqué des effets négatifs importants, poussant ainsi la communauté scientifique à rechercher des alternatives plus sûres, telles que les biopesticides végétaux biodégradables et respectueux de l'environnement (Isman, 2000). Dans ce sens, les recherches se sont orientées vers les plantes aromatiques riches en huiles essentielles, reconnues pour leurs propriétés répulsives, de contact ou fumigantes. Ces huiles agissent comme de véritables biopesticides, dont l'efficacité a été démontrée contre une large gamme d'insectes ravageurs des denrées alimentaires (Kellouche, 2005). La lutte génétique constitue une autre approche, notamment grâce au séquençage du génome, qui permet d'identifier des protéines cibles potentielles pour de nouveaux insecticides, telles que les canaux ioniques et les récepteurs nucléaires. Toutefois, cette technique reste peu utilisée en raison de son coût élevé (Bonneton, 2010).

1.3 Types de formulations insecticides à base d'huiles essentielles et leurs modes d'action :

Les huiles essentielles exercent divers modes d'action insecticides contre les coléoptères ravageurs des denrées stockées, notamment *Tribolium castaneum*. Leur efficacité dépend non seulement de la nature de l'huile, mais aussi du type de formulation utilisée pour chaque mode d'application.

En fumigation (inhalation), les formulations liquides, solides ou nano émulsionnées permettent aux composés volatils de pénétrer rapidement les voies respiratoires de l'insecte, induisant des effets neurotoxiques, une paralysie et la mortalité (Benhalima et *al.*, 2018 ; Khelifi et *al.*, 2019).

L'application par contact direct repose souvent sur des émulsions, gels ou sprays, parfois enrichis en agents tensioactifs afin d'améliorer l'adhérence et la pénétration des substances actives à travers la cuticule, provoquant ainsi une paralysie et la mort de l'insecte (Bouyahya et *al.*, 2020).

Pour le mode d'action par ingestion, les huiles essentielles sont généralement incorporées dans l'alimentation sous forme de poudres, de granulés ou de microcapsules, ce qui entraîne une toxicité systémique, bien que cette voie soit souvent moins efficace que l'inhalation ou le contact (Benhalima et *al.*, 2018).

Certaines huiles essentielles agissent comme de puissants répulsifs, sous forme de sprays, diffuseurs ou sachets imprégnés, empêchant les insectes de coloniser les denrées stockées et offrant ainsi une protection préventive efficace (Bouyahya et *al.*, 2020).

La littérature récente confirme que l'optimisation de la formulation qu'il s'agisse de nano émulsions, de micro encapsulation ou de l'ajout d'adjuvants est essentielle pour maximiser la stabilité, la biodisponibilité, et par conséquent, l'efficacité insecticide des huiles essentielles (Krzyżowski et *al.*, 2020 ; Lana et *al.*, 2023 ; Wang et *al.*, 2023).

2. MATERIEL ET METHODES

2 MATERIEL ET METHODE

Cette étude a été réalisée durant 4 mois, depuis le mois de Février jusqu'au mois de juin 2025 dans trois organismes différents. L'étude de l'activité insecticide à l'Université Saad Dahlab Blida 1, à la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, au sein du Département de Biotechnologie et Agro-écologie plus précisément au Laboratoire de Recherche des Plantes Médicinales et Aromatiques (LRPMA). Un centre reconnu pour ses recherches sur les ressources naturelles et leurs applications. Ce cadre scientifique a permis de conduire notre étude dans des conditions optimales, alliant rigueur et expertise dans le domaine des plantes médicinales.

Par ailleurs, l'analyse phytochimique des huiles essentielles a été réalisée au Centre de Recherche d'Analyses physico-chimiques à Bousmaïl, Wilaya de Tipasa alors que, les préparations des coupes microscopiques des cadavres d'insectes traités par les différentes huiles essentielles et ceux des témoins ont été réalisées dans un laboratoire privé de microscopie à Blida.

2.1 Matériel biologique :

Le matériel biologique utilisé dans notre expérimentation provient de deux origines différentes : végétale et animale.

2.1.1 Matériel végétale :

Le matériel végétal est constitué d'une gamme de cinq échantillons d'huiles essentielles commercialisées par l'Unité de distillation BIO.EXTRAPAMAL à Oued El Alleug, Wilaya de Blida. Ces extraits végétaux ont été extraits par entraînement à la vapeur à l'aide d'un hydrodistillateur semi-industriel. Les huiles essentielles sont extraites des plantes fraîchement récoltées de leur biotope naturel dont, l'origan et, le romarin, alors que celles de la sauge et de la lavande aspic proviennent des cultures biologiques. Les informations relatives aux huiles essentielles étudiées sont résumées dans le tableau suivant (Tab.1).

Tableau 1 :Données sur les échantillons d’huiles essentielles étudiées

Echantillons d’HE des espèces étudiées	Codes	Stade phénologique de récolte	Période de récolte	Région	Date d’extraction
Lavandula spica	1	Floraison	Février 2024	Douaouda	Fevrier 2024
Rosmarinus officinalis 24	2	Stade végétatif	Aout 2024	Chlef	Décembre 2024
Rosmarinus officinalis 23	3	Stade végétatif	Aout 2023	Parc de Chrea	Novembre 2023
Salvia officinalis	4	Stade végétatif	Septembre 2024	Oued El Alleug	Novembre 2024
Origanum vulgare	5	Floraison et Post Floraison	Aout 2024	Chlef	Janvier 2025

2.1.2 Matériel animale :

Le matériel animal est constitué d’adultes de *Tribolium castaneum* (Fig.6) provenant des sources d’infestation des épices, des graines de sésame et, de la semoule mal conservée.

L’identification des adultes d’insecte étudié a été confirmée par un cadre entomologiste du laboratoire National d’Entomologie de l’institut National de la protection des végétaux à, d’El Harrach.



Figure 06 : Morphologie des adultes de *Tribolium castaneum* observée sous loupe binoculaire (Grossissement (10X2.5) (Originale, 2025).

2.2 Méthodes d'études :

Notre étude comporte les trois parties essentielles suivantes :

2.2.1 Analyse chimique des huiles essentielles :

L'analyse qualitative des cinq échantillons d'huiles essentielles étudiés, a été réalisée à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse (GC) Hewlett Packard Agilent 6890 couplé à un détecteur de spectromètre de masse (MS) Hewlett Packard Agilent 5973 (Fig.7)

Les conditions opératoires de l'analyse GC-MS ont été rigoureusement définies afin d'optimiser la séparation et l'identification des composés volatils présents dans les huiles essentielles.

L'injection a été menée à une température de 250 °C en mode split (ratio 1:80), avec un volume injecté de 0,2 µl, permettant une introduction précise de l'échantillon dans le système. La séparation chromatographique a été effectuée sur une colonne capillaire HP-5MS de dimensions : 30 m de longueur, diamètre interne 0,25 mm et, film de 0,25 µm, dont la phase stationnaire est composée de 5 % phényle et 95 % de diméthylpolysiloxane. Le programme de température du four démarre à 45 °C maintenus pendant 8 minutes, puis augmente de 2 °C/min jusqu'à 250 °C, avec un palier isotherme de 10 minutes, pour une durée totale d'analyse de 120 minutes. Le gaz vecteur utilisé est de l'hélium pur (6.0) à un débit de 0,6 ml/min.

La détection assurée par le spectromètre de masse Hewlett Packard Agilent 5973, a été réalisée en mode scan, avec un délai du solvant de 3,5 min. L'interface était maintenue à 270 °C, la source d'ionisation à 230 °C, et l'ionisation effectuée par impact électronique à 70 eV. L'analyseur de masse utilisé est de type quadripôles, garantissant une grande précision dans la détection et l'identification des composés.

L'identification des constituants de l'huile essentielle a été effectuée sur la base de l'indice de rétention, déterminé par rapport à une série homologue de n-alcanes (C7 – C29) dans des conditions expérimentales identiques, et confirmée par la comparaison des modèles de fragmentation du spectre de masse avec ceux stockés dans la banque de données MS (Wiley 7 et NIST 2002) et vérifiée par la comparaison de l'indice de rétention sur la colonne non polaire (HP-5MS) avec les données d'index publiées d'Adams (2017).



Figure 07 : Appareillage de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-MS) (Originale, 2025).

2.2.2 Etude du potentiel insecticide des traitements à base d'huiles essentielles :

Cette étude a été menée afin de déterminer l'activité fumigante des huiles essentielles et de leurs formulations, contre les adultes de *Tribolium castaneum* selon le protocole de Zangar et *al.* (2013).

2.2.2.1 Elevage en masse de l'insecte :

Les larves et les adultes de *Tribolium castaneum* ont été préalablement collectés des sources d'infestations des denrées alimentaires (Fig.8) puis, élevés au niveau du LRPMA pendant une période de 4 mois. Les insectes étaient élevés dans des boîtes en plastique recouvertes par un insecte proof pour assurer l'aération et, contenant de la semoule comme aliment de base (Fig.9). Les boîtes ainsi préparées étaient maintenues à une température de $28 \pm 2^\circ\text{C}$, à une humidité de 70 à 80 % et à une photopériode de 12H de lumière et 12H d'obscurité (Obeng-Ofori et *al.*, 1998).

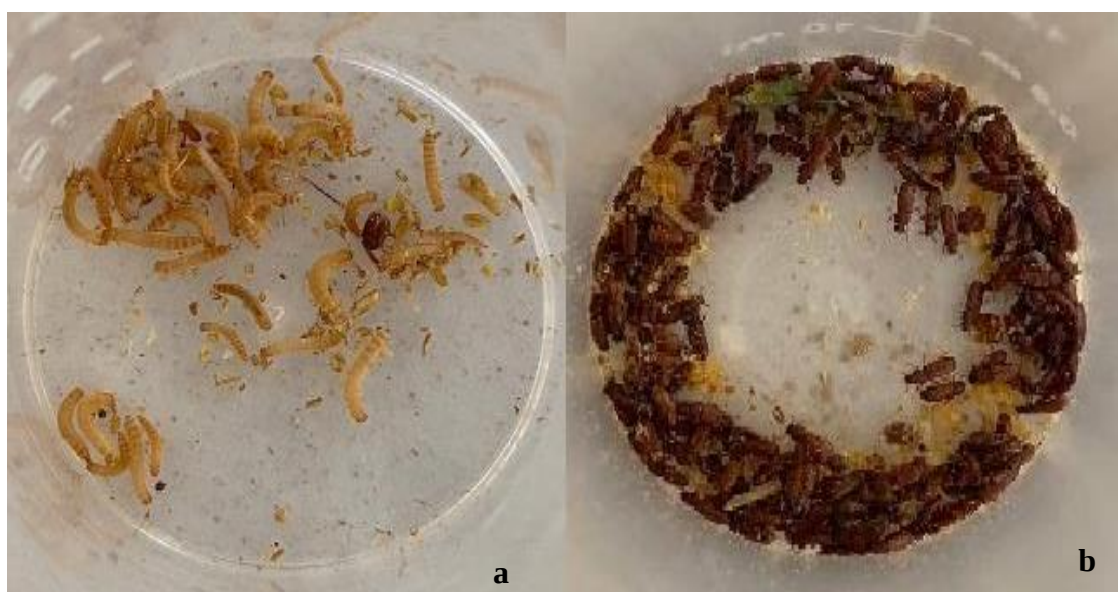


Figure 08 : Morphologie des larves (a) et des adultes de *Tribolium castaneum* (b) (Originale, 2025).



Figure 09 : Dispositif d'élevage en masse de l'insecte étudié sur semoule (Originale, 2025).

2.2.2.2 Préparation des traitements :

Les traitements ayant fait objet de notre étude sont représentés par les émulsions et, les formulations huileuses préparées à base de chaque huile essentielle étudiée.

2.2.2.2.1 Préparation des émulsions huileuses :

Pour chaque huile essentielle (HE) étudiée, des émulsions huileuses ont été préparées selon la concentration de 1% après dilution de chaque dose d'HE pure dans une solution préparée de Tween 80 (2 :100). L'ensemble des émulsions préparées ont été séparément conservées dans des boîtes hermétiquement fermées, recouvertes de papier aluminium à la température de 4°C (Pavela, 2016).

2.2.2.2.2 Préparation des formulations huileuses :

Les émulsions huileuses préalablement préparées à 1% pour chaque huile essentielle ont servi à la préparation d'une formulation gélifiante. Cette préparation consiste à l'ajout d'un agent gélifiant, comme la gomme xanthane ou la carbomère, incorporé progressivement sous agitation constante grâce à un agitateur magnétique pour épaissir la solution et obtenir une texture de gel (Fekroune et Gacem, 2019).

Dans notre cas, les formulations gélifiantes ont été préparées à base de Carbopol. Ces préparations ont montré un aspect visqueux stable, facile à appliquer, avec une bonne adhérence sur les surfaces traitées (Pr MOUMENE, LRPAM, 2025).

2.2.2.3 Test de fumigation :

L'étude de l'effet fumigène des différentes émulsions huileuses préparées à 1% a été menée selon le protocole décrit par Tripathi et *al.* (2009) avec quelques modifications.

Un groupe de 10 insectes a été libéré au fond d'un **pot à crachats** ou **flacons pour expectorations**, en plastique (50 ml) et un disque en papier filtre Whatman N°1 de 4 cm de diamètre, placé sur la surface interne du couvercle du flacon a été imbibé séparément avec chacune des émulsions préparées à base d'huile essentielle à la concentration de 10µl /litre d'air. Les boîtes ainsi fermées ont été recouvertes de papier aluminium et, maintenus à 28 ± 2 °C, en présence d'autres flacons contenant des insectes témoins non traités (témoins-) et, d'autres traités par la solution de Tween 80 (témoins+). Les paramètres étudiés concernent :

- Une description sur les changements affectant les caractères morphologiques et, le comportement des insectes selon chaque type de traitement, et la durée d'incubation.
- Les taux de mortalité d'insectes adultes ont été évalués selon les périodes d'incubation suivantes : 3, 6, 24, 48 et, 72 heures. En effet, cinq répétitions ont été retenues pour chaque traitement. Les insectes étaient considérés comme morts si les appendices ne bougeaient pas après observation sous la loupe binoculaire au grossissement (10 x 0.8).

La correction des taux de mortalité observés lors des tests insecticides doit toujours tenir compte de la mortalité naturelle survenant chez les témoins. Pour cela, la formule d'Abbott (1925) est couramment utilisée. Elle permet de calculer le pourcentage de mortalité corrigée en éliminant l'effet de la mortalité spontanée observée dans le lot témoin).

La formule s'exprime ainsi :

$$\text{TM (\%)} = (C - T / C) \times 100.$$

Où :

- TM (%) : Taux de Mortalité corrigé des insectes,
- C : Nombre d'insectes témoins vivants,
- T : Nombre d'insectes traités vivants.

L'estimation de la concentration létale (CL₅₀) et le temps léthal (TL₅₀) permettant d'éliminer 50 % d'individus de la population traitée de *T. castaneum*, a été déterminé en fonction du temps et en fonction de la concentration de traitement (Finney, 1971).

Il est important de souligner que le même protocole a été adopté pour le test de fumigation des formulations huileuses où, chaque gel préparé à base de chacune des huiles essentielles étudiées a été appliqué par étalement de la surface interne du couvercle du flacon.

Les taux de mortalités des insectes ont été également calculés comme précédemment et respectivement pour les mêmes périodes d'incubation, tout en considérant les taux de mortalités corrigés.

2.2.3 Étude histologique des effets fumigènes des émulsions à base d'huiles essentielles sur *Tribolium castaneum* :

L'analyse histologique des effets fumigènes des émulsions à base d'huiles essentielles permet d'évaluer l'impact des émulsions fumigènes à base d'huiles essentielles sur la structure interne des adultes de *Tribolium castaneum*. Elle suit un protocole rigoureux incluant les étapes suivantes : la dissection, la fixation, l'inclusion en paraffine, la microtomie, la coloration à l'hématoxyline-éosine, puis l'observation en microscopie optique (Oberemok et Skorokhod, 2014 ; Latif et *al.*, 2016). Elle est basée principalement sur les deux étapes suivantes :

2.2.3.1 Préparation et observation microscopiques :

Des coupes fines ont été réalisées au niveau de la tête et de la région dorsale d'individus fixés au formol, afin d'examiner des structures internes clés comme le système nerveux central, l'appareil digestif et divers tissus. La comparaison avec les témoins permet d'identifier d'éventuelles altérations histopathologiques induites par les traitements. Cette approche fournit des données précieuses sur les mécanismes d'action cellulaires et tissulaires, contribuant à mieux comprendre la toxicité et l'efficacité des huiles essentielles étudiées.

Les préparations histologiques débutent par le prélèvement de cadavres d'insectes collectés de chaque traitement ainsi que, les témoins. Pour chaque traitement, 10 à 15 individus sont placés séparément dans des flacons en verre contenant une solution de formol, puis conservés à 4°C. Cette étape a été suivie par une dissection minutieuse sous loupe binoculaire pour isoler les zones d'étude d'intérêt. Pour notre cas, les coupes ont été réalisées sur la tête (cerveau) et, le prolongement du thorax dorsal (ganglions, tube digestif). Les tissus sont ensuite fixés dans du formol tamponné à 10 % pendant 24 heures, puis rincés à l'éthanol 70 %. La déshydratation s'effectue par immersion dans des bains d'éthanol croissants, suivie d'une clarification au xylène et d'une inclusion en paraffine. Plusieurs coupes fines (5–8 µm) sont réalisées à l'aide d'un microtome, puis colorées par la méthode standard hématoxyline - éosine (H&E). Les lames sont ensuite montées pour observation au microscope optique aux grossissements : 10X10 et, 10 X40.

2.2.3.2 Analyse et interprétation des images microscopiques :

L'analyse des images microscopiques permet d'identifier les principales structures internes et de comparer les tissus du système nerveux et/ou ceux des téguments des individus d'insectes traités et ceux des témoins, en recherchant d'éventuels signes de dégénérescence cellulaire, altérations nucléaires ou cytoplasmiques, et anomalies morphologiques des organes.

La recherche des modifications structurales a été réalisée à travers l'utilisation du logiciel QuPath (<https://qupath.github.io/>) qui repose sur une analyse semi-automatique très puissante adaptée à l'histologie et l'immunohistochimie. Cette application a servi pour l'évaluation des effets de traitements, la quantification des marqueurs cellulaires ou l'analyse des structures neuronales chez les insectes comme *Tribolium castaneum* (Bankhead et *al.*, 2017 ; Schindelin et *al.*, 2020).

L'interprétation des images microscopiques préparées se déroulent selon les quatre étapes suivantes :

- Après lancement du logiciel « QuPath », l'utilisateur importe l'image de la lame scannée en précisant le grossissement de l'observation microscopique pour garantir une segmentation précise.
- Une fois l'image ouverte, à travers l'outil "Cell Detection" disponible via le menu « Analyze → Cell analysis → Cell detection, l'utilisateur ajuste les paramètres tels que le diamètre estimé des noyaux, le seuil d'intensité, et la méthode de segmentation (par exemple, Watershed, très utile pour séparer les noyaux proches).
- Une fois ces paramètres calibrés, QuPath détecte automatiquement les cellules en identifiant d'abord les noyaux, puis en estimant la région cytoplasmique autour de chaque noyau. Les cellules sont représentées par des contours colorés (bleus pour les noyaux, verts pour les contours cellulaires). De plus, il est possible d'extraire des caractéristiques morphométriques (surface, forme, intensité de coloration, etc.) pour chaque cellule détectée.
- Les données ainsi collectées seront traitées dans le module « Object Classifier », pour classer l'état des cellules (normales ou modifiées). Les résultats obtenus (comptage cellulaire, pourcentage par catégorie, intensité moyenne, etc.) peuvent être exportés sous forme de fichiers .csv pour une analyse statistique externe.

2.2.4 Analyse statistique :

Les résultats ont fait l'objet d'une analyse approfondie à l'aide du logiciel Minitab version 18. Cette démarche méthodique a été entreprise dans le but de fournir une évaluation aussi complète et objective que possible, afin de garantir la fiabilité et la précision des résultats obtenus. Une analyse de variance (ANOVA) one way a été réalisée afin d'évaluer le taux de mortalité des insectes pour chaque émulsion et/ou chaque formulation préparée pour chaque huile essentielle et selon chaque période d'incubation pour vérifier les différences significatives ($p \leq 0,05$). En outre, le test de Tukey a été utilisé pour le classement en groupes homogènes des taux de mortalité selon les traitements et selon les périodes d'incubation. Les résultats sont présentés sous forme de moyenne $\pm$ écart-type de cinq répétitions (Philippeau, 1989)

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3 RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Analyses phytochimiques des huiles essentielles :

L'analyse chimique réalisée pour chaque huile essentielle par CG-MS a donné cinq tableaux montrant les différentes molécules identifiées par classe chimique des terpènes dont, les teneurs sont exprimées en %. A partir de ces données, d'autres tableaux ont été construits pour mieux comparer et discuter la composition chimique des huiles essentielles étudiées.

L'analyse comparative de la composition chimique des cinq huiles essentielles étudiées dont, *Lavandula spica*, *Rosmarinus officinalis* (récoltes 2024 et 2023), *Salvia officinalis* et *Origanum vulgare*, révèle une prédominance générale des monoterpènes oxygénés, dont les pourcentages varient entre 33,91 % (chez *Lavandula spica*) et 78,71 % (chez *Origanum vulgare*). Cette classe majoritaire est connue pour ses propriétés biologiques variées, notamment antimicrobiennes, insecticides et antifongiques. Les monoterpènes hydrocarbonés sont également bien représentés, notamment dans *Lavandula spica* (28,07 %) et *Salvia officinalis* (28,92 %), ce qui leur confère une certaine activité neurotoxique ou répulsive. En revanche, les sesquiterpènes hydrocarbonés sont globalement peu abondants, avec une exception notable chez *Salvia officinalis* (7,19 %), suggérant une contribution spécifique à des effets complémentaires comme l'anti-inflammatoire ou la persistance de l'effet bioactif. Les phénols, composés particulièrement puissants en termes d'action insecticide et antimicrobienne, sont absents ou présents en traces dans toutes les huiles, sauf chez *Origanum vulgare*, où ils atteignent une concentration exceptionnelle de 75,34 %. Ce profil fait de *Origanum vulgare* l'huile la plus active et la plus prometteuse pour des applications à fort impact biologique, notamment en tant que biopesticide naturel. En résumé, si toutes les huiles présentent un intérêt certain par leur richesse en monoterpènes oxygénés, *Origanum vulgare* se distingue nettement par sa composition phénolique dominante, tandis que *Salvia officinalis* affiche une diversité moléculaire plus équilibrée, incluant les sesquiterpènes. Les deux échantillons d'HE de *R. officinalis* de 2023 et 2024 récoltés de deux régions différentes montrent une composition stable, bien que légèrement variable entre 2023 et 2024, soulignant l'influence des conditions environnementales sur le profil chimique des huiles essentielles (Tab.2)

Tableau 2 : Composition Chimique par classe des terpènes des huiles essentielles étudiées

Catégorie	Lavandula spica	R. officinalis (2024)	R. officinalis (2023)	Salvia officinalis	Origanum vulgare
Monoterpènes hydrocarbonés	28.07%	21.25%	14.50%	28.92%	15.39%
Monoterpènes oxygénés	33.91%	52.92%	56.20%	59.91%	78.71%
Sesquiterpènes hydrocarbonés	0.46%	0%	0.15%	7.19%	1.05%
Phénols	0%	~0%	~0.12%	~0%	75.34%

Les travaux qui suivent argumentent fidèlement les résultats décrits précédemment. Selon Aït Brahim (2025), l'analyse GC-MS des huiles essentielles révèle une forte prédominance des monoterpènes oxygénés, avec des taux allant de 33,91 % chez *Lavandula spica* à 78,71 % chez *Origanum vulgare*. Ces composés notamment le 1,8-cinéole, le camphre et le linalol sont réputés pour leurs effets antimicrobiens, antifongiques et insecticides (Bakkali et *al.*, 2008). D'après Haddad (2025), leur action repose principalement sur la perturbation des membranes cellulaires et l'inhibition enzymatique, comme l'ont confirmé plusieurs études récentes

Par ailleurs, *L. spica* et *S. officinalis* renferment des teneurs élevées de monoterpènes hydrocarbonés (28,07 % et 28,92 % respectivement), tels que l' α -pinène et le limonène, connus pour leurs effets neurotoxiques et répulsifs sur les insectes (Isman, 2000 ; Regnault-Roger et *al.*, 2012 ; Hamdoon, 2024).

Aït Brahim (2025) rapporte également une teneur modérée en sesquiterpènes hydrocarbonés (7,19 %), dont le β -caryophyllène, aux propriétés anti-inflammatoires et synergiques chez *S. officinalis*.

Dans le même contexte, il a été rapporté que l'huile d'*Origanum vulgare* se distingue par une très forte concentration en phénols (75,34 %), principalement en carvacrol et thymol, conférant une puissante activité insecticide et antimicrobienne, même à faibles doses (Dorman & Deans, 2000 ; Santoro et *al.*, 2021).

Le tableau 3 dresse un état récapitulatif de la composition majoritaire en composés bioactifs à potentiel insecticide des huiles essentielles étudiées, permettant d'identifier leurs chémotypes respectifs. L'huile essentielle de *Lavandula spica* est dominée par le 1,8-cinéole (17,65 %) et le β -pinène (15,58 %), complétés par le trans-pinocarveol et le linalool. Ce profil chimique correspond à un chémotype cinéole/camphre-linalool, similaire à ceux trouvés dans les régions de l'Aurès et de Tiaret.

Le *Rosmarinus officinalis* récolté en 2024 présente un chémotype cinéole-camphre, caractérisé par une forte proportion de camphre (21,15 %), de 1,8-cinéole (14,37 %) et de bornéol. L'échantillon récolté en 2023 se distingue par la présence marquée de thujones (α -thujone 16,74 % et β -thujone 7,21 %) en plus du camphre et du cinéole, ce qui traduit un chémotype thujone-camphre, observé notamment dans les régions de Djelfa et M'sila. Quant à *Salvia officinalis*, elle présente un profil dominé par le 1,8-cinéole (40,12 %), le camphre et l' α -pinène, ce qui la classe également dans le chémotype cinéole-camphre, fréquent à Jijel et Skikda. Enfin, l'huile essentielle d'*Origanum vulgare* se distingue nettement des autres par sa richesse exceptionnelle en carvacrol (54,66 %) et en thymol (20,68 %), deux phénols à fort pouvoir insecticide. Ce profil correspond à un chémotype carvacrol-thymol, typique des régions d'El Tarf et Souk Ahras. Ainsi, chaque huile essentielle étudiée se caractérise par un profil chimique distinctif, reflétant à la fois son potentiel insecticide et les conditions géographiques de sa région d'origine (Tab.3).

Tableau 3 : Identification des chémotypes d'huiles essentielles étudiées sur la base des composés majoritaires à potentiel insecticide identifiés par CG-MS.

Huiles essentielles étudiées	Composés majoritaires	Chémotype (s)	Régions des mêmes chemotypes endémiques existants	Références
Lavandula spica	1,8-Cinéole (17.65%), β -Pinène (15.58%) Trans-pinocarveol (5,86%) Linalool (4,25%)	Cinéole, Camphre-Linalool	Aurès, Tiaret	El-Kalamouni et <i>al.</i> (2020)
R. officinalis (2024)	Camphre (21.15%), 1,8-Cinéole (14.37%), Borneol (7,42%) Linalool (5,54%)	Cinéole-Camphre	Tlemcen, Médéa	Regnault-Roger et <i>al.</i> (2012)
R.officinalis (2023)	α -Thujone (16.74%), Camphre (17.24%), 1,8-Cinéole (13,81%) β -thujone (7,21%)	Thujone-Camphre	Djelfa, M'sila	Ben Jemâa & Tersim (2015) Ouakid et <i>al.</i> (2022)
Salvia officinalis	1,8-Cinéole (40.12%), Camphre (14.31%) α -Pinène (12,71%) Borneol (4,84%)	Cinéole-Camphre	Jijel, Skikda	Isman, 2000; Sahraoui et al., 2011
Origanum vulgare	Carvacrol (54.66%), Thymol (20.68%), p-Cymène (6,23%) γ -Terpinène (5,87%)	Carvacrol, Thymol	El Tarf, Souk Ahras	Bakkali et <i>al.</i> (2008) ; Regnault-Roger et <i>al.</i> (2012)

Les résultats relatifs aux chémotypes des huiles essentielles analysées concordent avec ceux rapportés dans la littérature. Benhammou (2021) indique que la composition chimique des huiles essentielles varie selon des facteurs géographiques, climatiques et édaphiques. Ainsi, *Lavandula spica* présente un chémotype cinéole/camphre-linalol, tandis que *Rosmarinus officinalis* révèle deux profils selon l'année et la région de récolte: cinéole-camphre en 2024 et thujone-camphre en 2023. *Origanum vulgare*, quant à lui, se distingue par un chémotype dominé par le carvacrol et le thymol. Cette variabilité interannuelle, influencée par le climat, impacte directement les voies de biosynthèse des métabolites secondaires (Zheljazkov et *al.*, 2021).

Djerrad et *al.* (2015) soulignent que la richesse en carvacrol et thymol renforce l'activité insecticide et antimicrobienne de l'origan, grâce à leurs effets sur les membranes cellulaires et l'inhibition enzymatique, comme l'ont déjà décrit Dorman & Deans (2000). Concernant le romarin, la présence de thujones en 2023 modifie son profil toxicologique, avec des effets dose-dépendants (Bouyahya et *al.*, 2020), contrairement à l'échantillon de 2024 où ils sont absents, illustrant l'influence des conditions environnementales. Cela confirme les observations de Boutekedjiret et *al.* (2003) sur l'effet de l'altitude, de l'humidité et de la période de récolte sur la composition des huiles.

Enfin, Koutsaviti et *al.* (2022) insistent sur l'importance de standardiser les profils chimiques pour garantir l'efficacité des huiles essentielles en usage biopesticide ou pharmaceutique. La variabilité observée, notamment chez le romarin, souligne la nécessité d'une traçabilité rigoureuse et de conditions de production maîtrisées.

L'analyse comparative des cinq huiles essentielles met en évidence la présence récurrente de plusieurs composés bioactifs à potentiel insecticide, bien que leur répartition varie d'un échantillon à l'autre. Certains monoterpènes sont présents dans tous les échantillons, comme l' α -pinène, un composé répulsif reconnu, le camphène, à effet neurotoxique, le β -myrcène, faiblement insecticide, le γ -terpinène, antioxydant modéré, et le bornéol, un monoterpène oxygéné biologiquement actif. Ces composés communs suggèrent une base d'activité insecticide partagée par l'ensemble des huiles. D'autres molécules, tout aussi importantes, montrent une distribution plus sélective : le β -pinène, le p-cymène, le 1,8-cinéole et le camphre sont absents uniquement chez l'origan, ce qui traduit un profil chimique très spécifique, fondé majoritairement sur des phénols (carvacrol, thymol) à fort pouvoir insecticide. Par ailleurs, le linalool, connu pour son action paralysante sur les insectes, est retrouvé dans toutes les huiles sauf le romarin 2023 et la sauge. Cette diversité de compositions révèle que chaque huile essentielle mobilise une combinaison unique de composés bioactifs, combinant effets répulsifs, paralysants et neurotoxiques, pour aboutir à un potentiel insecticide global, variable selon l'espèce végétale et l'année de récolte (Tab.4).

Tableau 4 : Identification des composés majoritaires à potentiel insecticide selon les échantillons d'huiles essentielles étudiés

Composés chimiques majoritaires identifiés chez les HE	Présence par échantillon d'HE	Propriétés biologiques
α -Pinène	Tous les échantillons	Monoterpène répulsif
Camphène	Tous les échantillons	Effet neurotoxique
β -Pinène	Mis à part l'origan	Répulsif
β -Myrcène	Tous les échantillons	Légèrement insecticide
p-Cymène	Mis à part l'origan	Précurseur des phénols
1,8-Cinéole	Mis à part l'origan	Neurotoxique, très actif
Camphre	Mis à part l'origan	Insecticide confirmé
γ -Terpinène	Tous les échantillons	Antioxydant, modéré
Borneol	Tous les échantillons	Monoterpène oxygéné actif
Linalool	Mis à part romarin 2023 et la sauge	Action paralysante

Les résultats sur l'analyse des profils chimiques révèlent que, bien que certaines molécules bioactives soient partagées entre les différentes huiles essentielles suggérant une base d'activité insecticide commune chaque huile se caractérise par une composition spécifique dictée par l'espèce végétale et les conditions de récolte.

La prédominance de composés phénoliques chez *Origanum vulgare*, l'absence sélective de certains monoterpènes, ainsi que la variabilité de présence du linalool illustrent cette diversité métabolique. Ces résultats confirment que le potentiel insecticide global repose sur des combinaisons distinctes de mécanismes d'action (répulsif, paralysant, neurotoxique), et soulignent l'importance de considérer la composition chimique spécifique dans le développement de formulations biopesticides efficaces et ciblées. Plusieurs auteurs ont confirmé les résultats de notre recherche.

Il s'avère que la diversité des chémotypes identifiés dans chaque huile essentielle (cinéole/camphre-linalool pour la lavande, cinéole-camphre ou thujone-camphre pour le romarin, carvacrol-thymol pour l'origan) reflète l'influence de la géographie et des conditions de culture, phénomène bien documenté par Benhammou et *al.* (2021). Cette variabilité est déterminante pour l'activité biologique, comme l'a montré Djerrad et *al.* (2015), qui ont établi que la dominance du carvacrol et du thymol chez l'origan est associée à une puissance insecticide et antimicrobienne supérieure. La présence de thujones dans le romarin 2023 et, absente en 2024, illustre l'impact des facteurs environnementaux et souligne la nécessité de standardiser les échantillons pour un usage biopesticide optimal.

3.2 Effet fumigène des émulsions et des formulations huileuses :

3.2.1 Effet fumigène des émulsions huileuses :

3.2.1.1 Manifestations comportementales et létales chez *Tribolium castaneum* :

L'évolution du comportement et des signes de souffrance chez *Tribolium castaneum* a été suivie pour chaque émulsion préparée et selon les périodes d'incubation.

Une intense agitation a été enregistrée sous l'effet des émulsions à base du romarin 23 et de sauge (RM23, SAU) dès 3 heures. Cette hyperactivité se traduit par des déplacements désordonnés, suivis de tremblements, de spasmes et d'une paralysie progressive. Une mortalité totale a été enregistrée dès 24 heures, traduisant une action rapide et une souffrance aiguë. En revanche, les traitements à effet plus progressif à base de romarin 2024, la lavande aspic et l'origan ont entraîné une diminution graduelle de l'activité motrice, avec apparition de léthargie, perte d'équilibre et paralysie partielle entre 6h et 24h. La mortalité complète a été observée entre 48h et 72h, suggérant une souffrance prolongée mais moins violente. Aucun signe de stress ou de mortalité n'a été relevé dans le groupe témoin, dont les insectes ont maintenu un comportement normal durant toute la période d'observation.

Après la mort, l'examen morphologique a révélé une rigidité cadavérique avec un assombrissement de la cuticule de l'insecte étudié (Fig.10).



Figure 10 : Morphologie des cadavres de *Tribolium castaneum* (Originale, 2025).

3.2.1.2 Variabilité du potentiel insecticide des émulsions :

Les formulations émulsionnées ont présenté une activité insecticide retardée, avec une absence totale de mortalité après 1 heure et des effets insignifiants à 3 heures d'incubation. Ce n'est qu'à partir de 6 heures que l'émulsion à base de sauge a commencé à se distinguer, atteignant un taux de mortalité de 64 %, tandis que les autres (romarin, lavande, origan) affichaient des taux de mortalité compris, entre 12 % et 30 %, indiquant une efficacité limitée et relativement homogène. À 24 heures, une nette amélioration est observée, en particulier pour les émulsions de romarin 2023, romarin 2024, sauge et lavande, dont les taux de mortalité s'élèvent entre 88 % et 98 %. Cette tendance se poursuit à 48 heures, avec un maintien ou une progression de l'efficacité. À 72 heures, l'émulsion à base de romarin 2024 se démarque en atteignant une mortalité maximale de 100 %, suivie de près par celles de sauge, lavande et romarin 2023. En revanche, l'émulsion d'origan reste nettement en retrait, ne dépassant pas 30 % de mortalité, même après 72 heures (Tab.5).

Tableau 5 : Taux de mortalité enregistrés sur les adultes de *Tribolium castaneum* exposés à l'effet fumigène des émulsions préparées à base d'huiles essentielles, selon les périodes d'incubation.

Taux de mortalité%						
Traitements	1h	3h	6h	24h	48h	72h
RM23	0± 0 ^a	6± 0 ^a	32± 0 ^b	90± 0.1 ^a	100± 0 ^a	100± 0 ^a
RM24	0± 0 ^a	2± 0 ^a	30± 0.1 ^b	90± 0.1 ^a	96± 0 ^a	100± 0 ^a
SAU	0± 0 ^a	12± 0.1 ^a	64± 0.2 ^a	98± 0.1 ^a	100± 0 ^a	100± 0 ^a
LAS	0± 0 ^a	4± 0.1 ^a	24± 0.1 ^b	88± 0.1 ^a	100± 0 ^a	100± 0 ^a
ORI	0± 0 ^a	4± 0 ^a	16± 0.1 ^b	26± 0.2 ^b	28± 0.2 ^b	30± 0.2 ^b
TEMOIN-	0± 0 ^a	0± 0 ^a	0± 0 ^b	0± 0 ^b	0± 0 ^c	0± 0 ^c
TEMOIN+	0± 0 ^a	0± 0 ^a	0± 0 ^b	0± 0 ^b	0± 0 ^c	0± 0 ^c

Les valeurs présentant les mêmes lettres signifient le même classement en groupes homogènes selon le test de Tukey et, les valeurs de ± correspondent aux écart types des taux de mortalité.

Les résultats obtenus ont affirmé une activité insecticide retardée sous l'effet fumigène des émulsions huileuses. Ce qui coïncide avec plusieurs travaux antérieurs. En effet, Krzyżowski et *al.* (2020) ont démontré que les formulations émulsionnées libèrent progressivement les composés bioactifs des huiles essentielles, ce qui explique l'absence d'effet immédiat et une mortalité significative seulement après plusieurs heures d'exposition. Cette dynamique de diffusion lente est un facteur clé qui influence la cinétique d'action des formulations. L'efficacité précoce de l'émulsion à base de sauge, observée dès 6 heures avec un taux de mortalité de 64%, rejoint les conclusions de Marchica (2021), qui souligne la richesse en composés monoterpéniques toxiques de *Salvia officinalis*, responsables d'une action rapide et puissante contre les insectes. Par ailleurs, Hamdoon (2024) rapporte que les huiles essentielles de romarin présentent une forte activité insecticide, avec une efficacité croissante en fonction du temps d'exposition, ce qui correspond parfaitement à l'augmentation progressive de la mortalité constatée dans nos émulsions préparées à base d'HE de romarin, notamment l'échantillon de 2024 qui atteint 100% à 72 heures. La faible performance de l'émulsion d'origan, ne dépassant pas 30% de mortalité même après 72 heures, est également confirmée par Dssarim (2011) et Abdelaty (2020), qui notent une variabilité importante dans l'efficacité des huiles essentielles d'origan, souvent liée à une composition chimique moins concentrée en composés insecticides ou à une moindre biodisponibilité selon les modes de formulation. Wang et *al.* (2023) ont montré que la stabilité et la diffusion des huiles essentielles dans les formulations influencent directement leur efficacité insecticide, ce qui explique la nette amélioration observée à 24 et 48 heures dans nos émulsions de sauge, lavande et romarin. Cette tendance à l'augmentation progressive de la mortalité souligne l'importance d'une exposition prolongée pour maximiser l'effet insecticide des émulsions.

3.2.2 Effet fumigène des gels huileux :

Les gels ont démontré une efficacité plus rapide et plus marquée que celle révélée par les émulsions. Dès 3 heures d'incubation, le gel à base de sauge induit une mortalité très élevée de 96 %, tandis que ceux de romarin 23, romarin 24, lavande aspic et origan affichent des taux intermédiaires allant de 40 % à 60 %, formant un groupe à efficacité modérée. L'activité insecticide des gels s'amplifie clairement avec le temps. À 24 heures, toutes les huiles essentielles testées sous forme de gel présentent une efficacité notable, traduite par des taux de mortalité élevés. Cette tendance s'intensifie à 48 heures, notamment pour les gels de sauge et de romarin, qui confirment leur importance. À 72 heures, ces deux formulations restent les plus

performantes, bien que les gels à base de lavande aspic et d'origan montrent également une amélioration continue, particulièrement pour l'origan, initialement moins efficace (Tab.6).

Tableau 6 : Taux de mortalité enregistrés sur les adultes de *Tribolium castaneum* exposés à l'effet fumigène des gels préparés à base d'huiles essentielles, selon les périodes d'incubation.

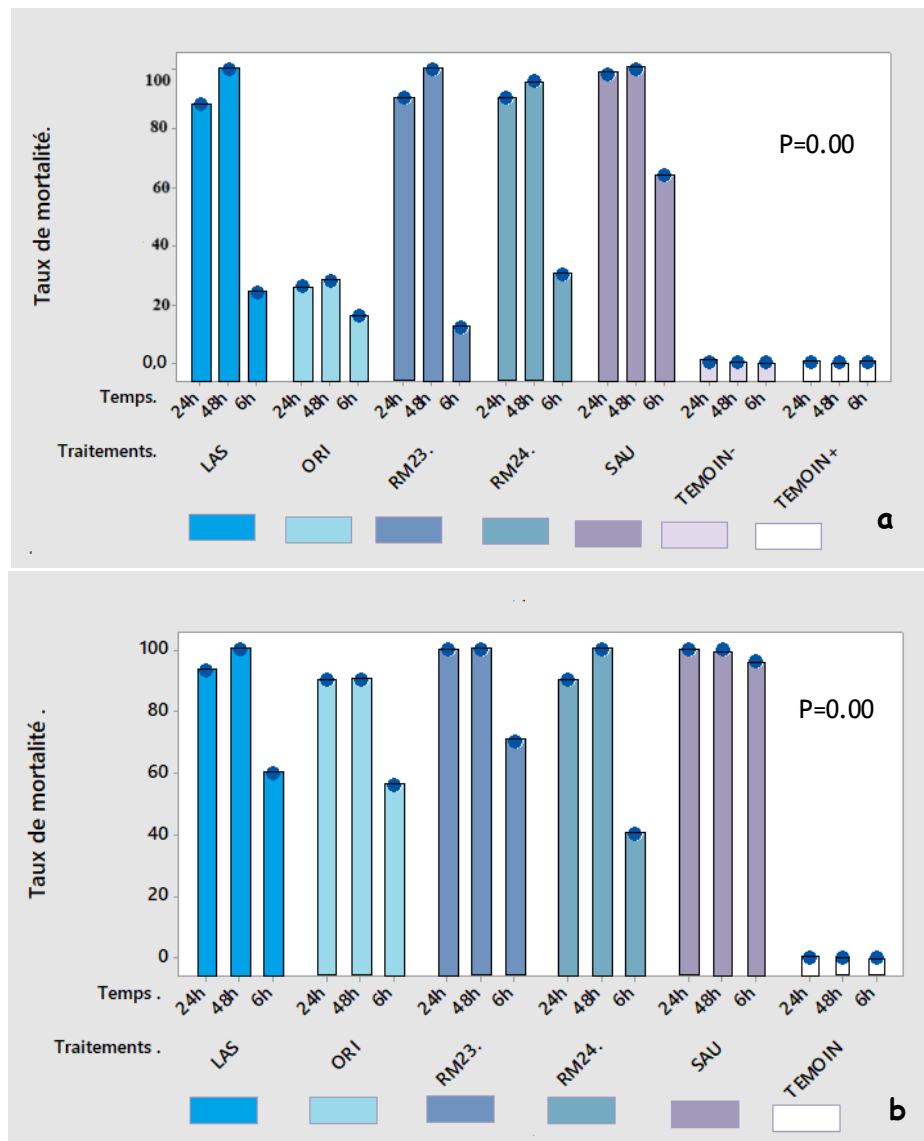
Taux de mortalité %						
Périodes (H) Traitements à base HE	1h	3h	6h	24 h	48h	72%
R.officinalis 23	0±0 ^a	60±0.6 ^{ab}	76±0.3 ^a	100±0.9 ^a	100±0.9 ^a	100±0.9 ^a
R.officinalis 24	0 ±0 ^a	40±0.4 ^{ab}	46±0.1 ^{ab}	90±0.1 ^a	100 ±0.9 ^a	100±0.9 ^a
S.officinalis	0± 0 ^a	96±0.9 ^a	96±0.9 ^a	100 ±0.9 ^a	100± 0.9 ^a	100±0.9 ^a
L.spica	0± 0 ^a	56±0.5 ^{ab}	60±0.6 ^{ab}	93± 0.05 ^a	100 ±0.9 ^a	100±0.9 ^a
O.vulgare	0 ±0 ^a	53±0.5 ^{ab}	56±0.5 ^{ab}	90 ±0.1 ^a	90± 0.1 ^a	90 ±0.1 ^a
Témoins	0± 0 ^a	0±0 ^b	0±0 ^b	0±0 ^b	0±0 ^b	0±0 ^b

Les valeurs présentant les mêmes lettres signifient le même classement en groupes homogènes selon le test de Tukey, et les valeurs de ± correspondent aux écart types des taux de mortalité.

Les émulsions d'huiles essentielles de romarin (2023 et 2024), de sauge et de lavande révèlent une efficacité progressive, atteignant des taux de mortalité très élevés (jusqu'à 100 %)

à 72 heures, avec une efficacité significative à partir de 24 heures. L'origan, en revanche, reste peu performant dans cette forme (Fig.11a).

Les gels, quant à eux, offrent une action plus rapide et plus soutenue dans le temps. Dès 3 heures, la sauge affiche une activité maximale, et à 24 h, l'ensemble des gels étudiés se montrent hautement efficaces. À 48 h, les gels de romarin et de sauge confirment leur dominance, avec une efficacité comparable ou supérieure à celle des meilleures émulsions à 72 h (Fig.11b).



Traitements représentés par les émulsions préparées (a) et gels (b) préparés à base d'huiles essentielles des espèces aromatiques et médicinales suivantes :

LAS : *Lavandula spica*, ORI : *Origanum vulgare*, RM23 : *Rosmarinus officinalis* de 2023, RM24 : *Rosmarinus officinalis* de 2024, SAU : *Salvia officinalis*

Figure 11 : Taux de mortalité enregistrés sur les adultes de *Tribolium castaneum* exposés à l'effet fumigène des émulsions (a) et des gels (b) préparés à base d'huiles essentielles, selon les périodes d'incubation.

La comparaison entre les deux formes galéniques : émulsions et gels, met en évidence une différence nette dans la cinétique d'action. Les gels, en particulier ceux à base de sauge et de romarin, se révèlent plus précoces et plus efficaces que les émulsions, avec des résultats significatifs dès 24 heures, et souvent maximaux à 48 h. Les émulsions, bien que capables d'atteindre des niveaux élevés de mortalité à 72 heures, nécessitent un temps d'exposition plus long pour exprimer leur plein potentiel. L'origan, quel que soit le mode de formulation, reste l'huile essentielle la moins performante, bien que sa formulation en gel montre une progression intéressante à partir de 48 h. Ces résultats confirment que la forme galénique influence fortement l'efficacité insecticide, tant sur le plan de l'intensité que de la rapidité d'action, en faveur des formulations gélifiées.

Les résultats obtenus confirment que les gels à base d'huiles essentielles présentent une efficacité insecticide nettement supérieure et plus rapide que les émulsions. Les taux de mortalité ont connu une augmentation selon l'allongement des périodes. Il a été confirmé que la formulation gélifiée améliore clairement la stabilité, la diffusion et la biodisponibilité des composés actifs, ce qui explique l'efficacité prolongée observée, notamment chez l'origan, initialement moins performant.

Ces observations sont en accord avec les travaux de Marchica (2021), Hamdoon (2024) et Wang et *al.* (2023), qui soulignent que les composés phénoliques et monoterpéniques tels que le camphre, le cinéole et la thuyone mieux libérés dans les matrices gélifiées exercent une toxicité rapide et durable sur les insectes. De plus, Abdelaty (2020) indique que la formulation peut compenser une activité intrinsèque plus faible de certaines huiles, en optimisant le contact avec les insectes cibles. En comparaison, les émulsions, bien que globalement efficaces, présentent une cinétique d'action plus lente liée à une libération progressive des principes actifs (Krzyżowski et *al.*, 2020).

Ainsi, le choix de la forme galénique apparaît déterminant dans l'optimisation de l'efficacité insecticide des huiles essentielles. Les gels sont à privilégier pour des actions rapides et ciblées, tandis que les émulsions conviennent mieux à des effets prolongés, comme le confirment également Lana et *al.* (2023).

3.3 Modifications structurales induites par l'effet fumigène des émulsions huileuses chez *Tribolium castaneum* :

L'analyse microscopique des coupes histologiques de *Tribolium castaneum*, réalisée aux grossissements : (X 45 et X 468), met en évidence des altérations internes d'intensité variable selon l'émulsion d'huile essentielle utilisée.

L'exposition des insectes adultes à *Lavandula spica* (Fig.11a) entraîne l'apparition de noyaux pycnotiques dans les cellules neurosécrétrices du cerveau, des modifications structurales des lobes cérébraux, des neuropiles et des corps pédonculés, ainsi que des altérations des tissus conjonctifs, musculaires et adipeux environnants. La cuticule, examinée aux deux grossissements : (X45, X468), se révèle fragile, avec une altération membranaire marquée, une perméabilité accrue et une accumulation caractéristique de pigments orange-jaune à sa surface

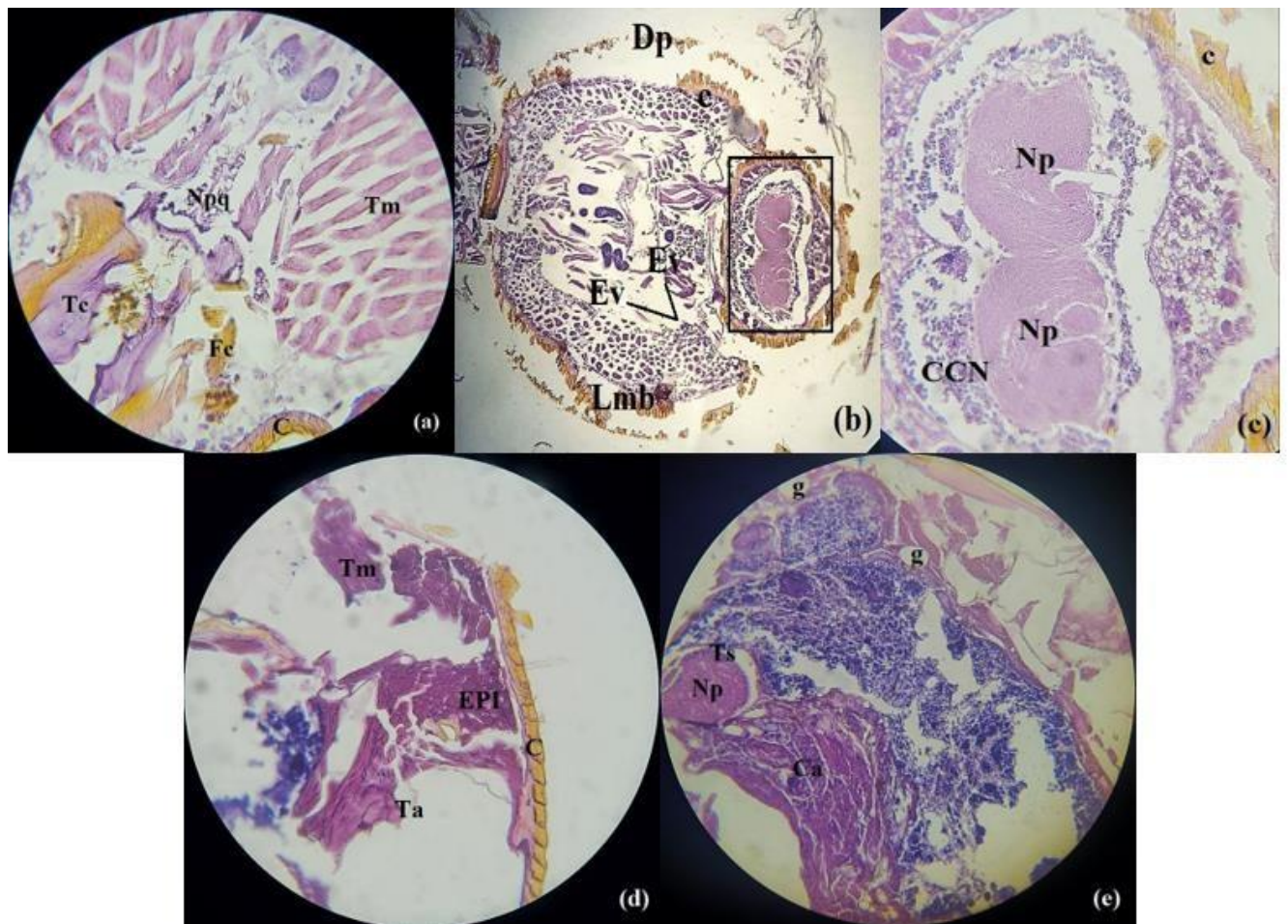
Les effets induits par *Rosmarinus officinalis* sont également notables et varient légèrement entre les deux lots. L'échantillon de 2024 provoque, aux deux niveaux d'observation, des noyaux pycnotiques, une inflammation cérébrale, un œdème, une déstructuration des tissus périphériques, et une atteinte significative des corps pédonculés. La cuticule apparaît partiellement dissoute, plus perméable, et marquée par une accumulation persistante de dépôts orange-jaune. L'échantillon de 2023, quant à lui, est associé à une désorganisation cellulaire sévère, une altération des membranes, une perte de polarité et une accumulation anormale de liquide intracellulaire. Ces dommages touchent aussi bien les corps pédonculés que les neuropiles et les lobes cérébraux, tandis que la cuticule, profondément altérée, présente une surface visiblement dégradée et colorée

Par ailleurs, l'émulsion de *Salvia officinalis* génère à la fois un stress tissulaire marqué et une désorganisation cérébrale, visible aux grossissements : (X45 et X468) et, qui se traduit par l'apparition d'une accumulation anormale de liquide, des altérations membranaires, et des lésions au niveau des corps pédonculés et des neuropiles. La cuticule se montre très perméable, fragilisée, et recouverte de dépôts pigmentaires orange-jaune [Fig.11(b)] [(Fig.11c)].

En revanche, les effets fumigènes induites par les extraits huileux d'*Origanum vulgare* sont beaucoup plus modérés aux deux grossissements. Les dommages cellulaires restent très discrets, les membranes ne montrent que de faibles altérations, et les structures cérébrales ainsi que les tissus conjonctifs apparaissent bien conservés. La cuticule apparaît intacte mais,

présente des bandes cellulaires claires sous sa surface, sans vacuolisation, ni œdème, ni accumulation de débris intracellulaires

Quant aux témoins, leurs coupes sagittales et transversales révèlent une intégrité totale des structures. Le cerveau conserve des noyaux normaux, les neuropiles affichent une organisation dense et homogène, les corps pédonculés sont bien développés, et la cuticule reste lisse, intacte et dépourvue de tout signe d'intoxication, de dessèchement ou de dépôt anormal [Fig.11(d)] [Fig.11(c)].



c :cuticule ,fc : fragment de cuticule ,Tc : tissu conjonctif , Npq : Noyaux pycnotiques ,Tm : Tissus musculaires lmb :lésions membranaire , Ev : Espaces vacuolaires , DP : Dépôts pigmentaires , Np : corps de neuropile , CCN :corps cellulaires neuronaux ,Tm : Tissus musculaires , EPI : Épiderme ,Ta : tissu adipeux, Ca : cellules adipeuses
g : ganglion ,Ts : Tissus Périphériques , : Altérations Tissulaires sous l'effet de Lavandula spica (G :X468), (a) et (c) : Coupe transversale du cerveau (G :X45 , X468), (a) (e) : Coupe histologique de deux parties de cuticule (d) et cerveau (e) des témoins

Figure 12 : Modifications structurales suite à l'effet fumigène des émulsions huileuses chez *Tribolium castaneum* (coloration H&E) (originale ,2025).

Ces résultats confirment sans ambiguïté que les altérations internes observées sont directement induites par les vapeurs toxiques spécifiques aux huiles essentielles utilisées dans les émulsions testées.

Les modifications structurales induites par l'effet fumigène des émulsions huileuses chez *Tribolium castaneum* sont traduites par des lésions et désintégration tissulaires neuro-cuticulaires. Ces observations microscopiques rappellent celles rapportées par certains auteurs par la bibliographie.

Les altérations histologiques observées révèlent plusieurs mécanismes d'action des huiles essentielles. La détérioration de l'intégrité cuticulaire, marquée par une désorganisation, un amincissement et des fissurations, résulte de l'effet solubilisant des terpènes lipophiles tels que le 1,8-cinéole et le camphre, capables de désintégrer la matrice lipidique de la cuticule (Regnault-Roger et *al.*, 2012 ; Pavela, 2015). À cela s'ajoutent des lésions du système nerveux central, telles que la vacuolisation cytoplasmique et la fragmentation neuronale, caractéristiques d'une action neurotoxique exercée par des composés comme les thujones, agissant via le blocage des récepteurs GABA-A (Tong et *al.*, 2013 ; Gross et *al.*, 2017).

L'huile essentielle d'*Origanum vulgare*, malgré une faible mortalité en formulation émulsionnée, a induit des dommages internes importants. Cette toxicité, attribuée à la forte teneur en carvacrol et thymol, semble liée à un mécanisme hypoxique peu documenté, tel que rapporté par Zabka & Pavela (2013) et Enan (2001). La forme galénique joue également un rôle déterminant : les gels provoquent des lésions localisées et rapides, tandis que les émulsions entraînent des effets plus diffus et profonds, comme l'ont montré Kumar et *al.* (2012).

La nature et l'intensité des lésions varient en fonction de la composition chimique des huiles. Celles riches en monoterpènes oxygénés (1,8-cinéole, camphre) affectent principalement les structures neuronales et musculaires (Lopez et *al.*, 2008), tandis que celles dominées par les phénols (carvacrol, thymol) ciblent d'abord les tissus périphériques avant d'atteindre le système nerveux (Lee et *al.*, 2003). Enfin, la persistance des altérations, marquée par des vacuolisations massives et une nécrose irréversible, confirme l'absence de récupération post-exposition, en accord avec les observations de Papachristos & Stamopoulos (2002) chez *Acanthoscelides obtectus*.

CONCLUSION

CONCLUSION

Face à la problématique croissante de la conservation des denrées céréalières et à la nécessité de réduire la dépendance en insecticide de synthèse cette étude s'est intéressée à la recherche du potentiel insecticide de 4 huiles essentielles *lavandula spica*, *Rosmarinus officinalis* (récolte 2023 et 2024), *Salvia officinalis* et *Origanum vulgare*, En vue de leur utilisation pour la protection des céréales et de leurs dérivés. L'objectif repose essentiellement sur l'évaluation de leur composition chimique leur efficacité en formulation fumigène ainsi que leur effet sur les insectes ravageurs au niveau comportemental l'étal et histologique.

L'analyse fitouchimique Annie en évidence une dominance des monoterpènes oxygénés, reconnu pour leur effet norautoxique et répulsif et une richesse exceptionnelle en Phenols (Carvacrol et Thymol) Chez *Origanum vulgare*, lui conférant un fort potentiel insecticide des profils chemotypiques distincts ont été identifiés, influencés par l'origine géographique et les conditions de récolte .

Les essais biologiques ont montré un efficacité variable selon les formulations et j'ai lu le ont démontré une activité insecticide plus rapide et marquer que les émulsions en particulier ceux à base de sauge et de romarin les émissions bien qu'efficaces à plus long terme en nécessite un délit d'action plus important l'huile d'origan très active chimiquement s'est révélé moins performante sous forme d'émulsion mais sans l'efficacité a été renforcée lorsqu'elle est formulée en gel .

Les analyses histologiques ont confirmé l'impact des traitements sur la physiologie de *Tribolium castaneum* révélant des liaisons nerveuses musculaires et cuticulaire importante notamment avec les huiles de lavande de romarin et de sauge les témoins non traité en conserver un architecture cellulaire rectacle ce qui attribue clairement les altérations observées à l'effet toxique des vapeur d'huile essentielle .

Ces résultats des montres que la formulation joue un rôle déterminant dans la performance biensecticide non seulement en modulant la cinétique d'action mais aussi en influençant la diffusion et la biodisponibilité et des composés actifs efficacité accrue des gels par rapport aux émulsions suggères que la matrice galénique conditionne fortement le potentiel insecticide des huiles essentielles .

En définitive, cette étude met en évidence le potentiel réel de 18 essentielles comme agent bien insecticide et ouvre la voie au développement de formulation naturelle efficace, sûre et durable en parfaite cohérence avec les objectifs d'une agriculture éco-responsable et innovante. À la lumière de ces résultats, plusieurs perspectives méritent d'être explorées pour valoriser pleinement ces solutions naturelles :

- Tester des concentrations inférieures à 1 % afin d'optimiser les dossiers efficaces tout en réduisant les coûts et les impacts environnementaux.

- Évaluer l'efficacité de ces formulations sur d'autres espèces insectes ravageurs ainsi que sur des moisissures mycotoxigènes pour étendre le champ d'application à la lutte antifongique.

- Recherche et application d'autres formes de formulation innovantes (nanoémulsion, encapsulation, film biodégradable.....) pour améliorer la stabilité, la durée d'action et la libération contrôlée des principes actifs.

- Étudier la stabilité physique ou chimique, la toxicité chronique et l'écotoxicité de ces formulations pour garantir leur sécurité en condition d'utilisation prolongée.

Enfin, appliquer ces biopesticides en conditions réelles (in situ), dans des environnements tout de stockage ou de production agricole afin de valider leur efficacité sur le terrain et de définir des protocoles pratiques d'utilisation.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1) **Abbott, W. S. (1925).** A method of computing the effectiveness of an insecticide. *Journal of Economic Entomology*, 18(2), 265–267.
- 2) **Abdelaty, N. A. (2020).** Secondary metabolites of *Lavandula latifolia*: biological and economic importance. *Journal of Essential Oil Research*, 32(2), 145–154.
- 3) **Adams, R. P. (2017).** Identification of essential oil components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (Ed 4.1). 809 p.
- 4) **Adiguzel, A., Ozer, H., Sokmen, M., ... & Sahin, F. (2009).** Antimicrobial and antioxidant activity of the essential oil and methanol extract of *Origanum vulgare* ssp. *vulgare* L. (Lamiaceae). *Food Chemistry*, 113(2), 465-473.
- 5) **Aktar, W., Sengupta, D., & Chowdhury, A. (2009).** Impact of pesticides use in agriculture: their benefits and hazards. *Interdisciplinary Toxicology*, 2(1), 1–12.
- 6) **Arab, R. (2018).** Effet insecticide des plantes *Melia azedarach* L. et *Peganum harmala* L. sur *Tribolium castaneum* Herbst. Thèse de Magister, Université Ferhat Abbas, Sétif, 89 p.
- 7) **Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., & Idaomar, M. (2008).** Biological effects of essential oils – A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46(2), 446–475.
- 8) **Baricevic, D., & Bartol, T. (2000).** The biological/pharmacological activity of the *Salvia* genus. In *Salvia officinalis* L. (Lamiaceae), 143–184.
- 9) **Bejenaru, L. E. (2017).** Chemical composition and antimicrobial activity of *Origanum vulgare* essential oil. *Journal of Essential Oil Research*, 29(4), 345–352.
- 10) **Benhalima, H., Boukhatem, M. N., & Boucherit-Otmani, Z. (2018).** Insecticidal activity of *Origanumvulgare* essential oil against *Triboliumcastaneum*. *Journal of Essential Oil Research*, 30(5), 345–352.
- 11) **Benhalima, H., Chaudhry, M. Q., Mills, K. A., & Price, N. R. (2004).** Phosphine resistance in stored-product insects from Morocco. *Journal of Stored Products Research*, 40(3), 241–249.
- 12) **Benhammou, N., Ait Yahia, A.,& Zellagui, A. (2021).** Chemical composition and antibacterial activity of essential oils from Algerian *Rosmarinus officinalis*, *Lavandula stoechas*, and *Origanum glandulosum*. *Natural Product Research*, 35(3), 469–472.
- 13) **Benhammou, N., et al. (2021).** Chemical variability of *Lavandula latifolia* from Algeria. *Biochemical Systematics and Ecology*, 94, 104215.
- 14) **Benine Mohamed Lamine. (2015).** Propriétés antibactériennes des huiles essentielles de *Lavandula latifolia*. *Revue Algérienne de Phytothérapie*, 7(1), 25–32

- 15) **Bendimerad, N., El Bouzidi, L., & Bensouici, C.** (2019). Étude des chimotypes du romarin.
Revue de Phytothérapie, 24(3), 112–120.

- 16) **Benchikha, A.** (2020). Effet de l'inhalation des huiles essentielles de *Mentha pulegium* et du bigaradier. Mémoire de Master, Université Kasdi Merbah, Ouargla, 75 p.
- 17) **Boudjelal, A., Bensouici, C., & Boudjelal, A.** (2021). Propriétés biologiques des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis*. *Journal of Medicinal Plants Research*, 15(2), 45–53.
- 18) **Boutekedjiret, C., Bentahar, F., Belabbes, R., & Bessiere, J. M.** (2003). Extraction of rosemary essential oil by steam distillation. *Flavour and Fragrance Journal*, 18(6), 481–484.
- 19) **Bouyahya, A., Bakri, Y., Abrini, J., & Dakka, N.** (2020). Chemical composition and insecticidal activity of *Rosmarinus officinalis* essential oil against *Tribolium castaneum*. *Industrial Crops and Products*, 145, 112123.
- 20) **Bouyahya, A., Bakri, Y., Et-Touys, A., et al.** (2020). Chemical composition and toxicological evaluation of essential oils. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2020, 1–10.
- 21) **Bozin, B., Mimica-Dukic, N., Simin, N., & Anackov, G.** (2007). Characterization of volatile composition of some Lamiaceae spices. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(5), 1822–1828.
- 22) **Bravo Cadena, F., López, M., & Rodríguez, J.** (2020). Potential of essential oils as natural insecticides. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 68(15), 4321–4335.
- 23) **Camara, A.** (2009). Lutte contre *Sitophilus oryzae* L. et *Tribolium castaneum* dans les stocks de riz. Thèse de Doctorat, Université Québec à Montréal, 173 p.
- 24) **Campbell, J. F., & Runnion, C.** (2003). Patch exploitation by female red flour beetles. *Journal of Insect Science*, 3(20), 8.
- 25) **Couic-Marinier, F.** (2017). Aromathérapie : Se soigner par les huiles essentielles. Paris : Éditions Leduc.s., 384 p.
- 26) **Couplan, F.** (1987). Les plantes sauvages comestibles. Paris : Hatier.
- 27) **Couplan, F., & Breil, F.** (2013). Les Labiées du soleil. Consulté le 28 juin 2025 sur <https://www.couplan.com>
- 28) **Dia, C. A. K. M., et al.** (2018). Identification morphométrique des populations de *Tribolium castaneum*. *Journal of Applied Biosciences*, 119, 11929–11942.
- 29) **Djerrad, Z., Rezzoug, M., & Boudjada, A.** (2015). Chemical composition and antimicrobial activity of *Origanum vulgare*. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 18(1), 65–71.
- 30) **Djoussé, B. M. K.** (2022). Rendement et composition de l'huile essentielle de *Salvia*

officinalis. African Journal of Plant Science, 16(1), 22–29.

- 31) **Djaidji, J., & Rehif, A.** (2024). Effet insecticide de l'huile essentielle de *Mentha pulegium* sur *Tribolium castaneum*. Mémoire de Master, Université de Ouargla, 70 p.
- 32) **Dorman, H. J. D., & Deans, S. G.** (2000). Antimicrobial agents from plants: activity of volatile oils. Journal of Applied Microbiology, 88(2), 308–316.

- 33) **Dssarim, A.** (2011). Secondary metabolites and their biosynthesis in *Origanum vulgare*. *Phytochemistry Reviews*, 10(2), 215–224.
- 34) **El Amrani, M., Bencheikh, N., & Berrichi, A.** (2021). Extraction et rendement de l'huile essentielle de *Salvia officinalis*. *Journal of Essential Oil Research*, 33(2), 90–97.
- 35) **Bouzidi, L., Bensouici, C., & Boudjelal, A.** (2024). Extraction et analyses des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis*. *International Journal of Aromatic Plants*, 9(1), 33–41.
- 36) **El-Kalamouni, C., Smith, J., & Dupont, A.** (2020). Chemical composition and biological activities of essential oils from Mediterranean plants. *Journal of Essential Oil Research*, 32(4), 345–356.
- 37) **Enan, E.** (2001). Insecticidal activity of essential oils: octopaminergic sites of action. *Comparative Biochemistry and Physiology Part C: Toxicology & Pharmacology*, 130(3), 325–337.
- 38) **FAO.** (2023). Post-harvest management of cereals and pulses. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Consulté le 11 juin 2025 sur : <https://www.fao.org/home/fr>
- 39) **Fekroune, I., & Gacem, R.** (2019). Activité insecticide d'une huile essentielle formulée extraite d'*Origanum vulgare*. Mémoire de Master, Université Saad Dahlab Blida, 83 p.
- 40) **Finney, D. J.** (1971). Probit analysis (3e éd.). Cambridge University Press, 333 p.
- 41) **Flamini, G., Cioni, P. L., & Morelli, I.** (2022). Chemical composition of essential oils from *Salvia rosmarinus* Spenn. *Phytochemistry*, 195, 112–123.
- 42) **Frileux, L.** (2009). Propriétés médicinales et usages traditionnels de *Salvia officinalis*. In Monographie *Salvia officinalis* (Sauge officinale). StudyLib. <https://studylibfr.com/doc/974989/salvia-officinalis-monographie>
- 43) **Gueye, M., Ndiaye, S., Sarr, A. G. R. J., & Thiaw, C.** (1997). Biologie et reproduction de *Tribolium castaneum* dans les conditions tropicales. *Revue d'Écologie et de Biologie du Sol*, 34(1), 45–52.
- 44) **Gross, A. D., et al.** (2017). Essential oils and their compounds as insecticides: a review. *Pest Management Science*, 73(6), 1122–1135.
- 45) **Haddou, F., & Hammouche, M.** (2024). Facteurs influençant le rendement de l'huile essentielle de romarin. *Journal of Essential Oil Research*, 36(2), 90–97.

- 46) **Hamdoon, A. M.** (2024). Secondary metabolites and bioactivity of *Rosmarinus officinalis*. *Journal of Herbal Medicine*, 30, 201–210.
- 47) **Herraiz-Peñalver, D., Gómez-Serranillos, M. P., Arce, C., & Palomino, O.** (2013). Chemical composition and antioxidant activity of essential oil from *Lavandula latifolia*. *Industrial Crops and Products*, 49, 1–9.
- 48) **Hilan, C.** (2006). *Les plantes aromatiques et médicinales*. Paris, France: Éditions du CNRS.
- 49) **Isman, M. B.** (2000). Plant essential oils for pest and disease management. *Crop Protection*, 19(8–10), 603–608.

- 50) **Isman, M. B.** (2006). Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture. *Annual Review of Entomology*, 51, 45–66.
- 51) **Johnson, J., USDA-ARS., & Joaquin, S.** (2013). Pest control in postharvest nuts. In *Improving the Safety and Quality of Nuts*, 56–87.
- 52) **Jouad, H., Haloui, M., Rhiauani, H., El Hilaly, J., & Eddouks, M.** (2018). Chemical composition and biological activities of *Salvia officinalis* essential oil. *Phytotherapy Research*, 32(4), 555–563.
- 53) **Kellouche, A.** (2005). Etude de la bruche du pois-chiche, *Callosobruchus maculatus* : Biologie, physiologie, reproduction et lutte. Thèse de Doctorat d'État, Université de Tizi-Ouzou, 154 p.
- 54) **Khelifi, L., Merah, O., & Boudjelal, A.** (2019). Fumigant toxicity of *Mentha pulegium* essential oil against *Tribolium castaneum*. *Journal of Stored Products Research*, 81, 1–7.
- 55) **Kintzios, S. E.** (Éd.). (2002). *Oregano: The genera Origanum and Lippia*. London : Taylor & Francis, 296 p.
- 56) **Koutsaviti, A., Krigas, N., Dardioti, A., et al.** (2022). Linking chemical composition and biological activity of essential oils. *Plants*, 11(3), 343.
- 57) **Krzyżowski, M., Baran, T., Spochacz, M., & Kafel, A.** (2020). Role of dilution mediums in studies of fumigant insecticidal activity. *Journal of Pest Science*, 93, 1235–1241.
- 58) **Kumar, A., Kamal, D., & Anuradha, S.** (2021). Essential oils of *Rosmarinus officinalis* mediate cell cycle arrest. *Plant Science*, 310, 110973.
- 59) **Kumar, P., Mishra, S., Malik, A., & Satya, S.** (2012). Insecticidal properties of *Mentha* species: a review. *Industrial Crops and Products*, 39, 1–7.
- 60) **Lana, D., Di Vito, M., Nardi, A., & Giovannetti, A.** (2023). Effects of essential oil-based formulation on biopesticide activity. *Journal of Agronomy and Crop Science*, 209(3), 289–303.
- 61) **Latif, M. A., Omar, D., & Rahman, M. M.** (2016). Histopathological changes in midgut of *Tribolium castaneum* exposed to botanical insecticides. *Asian Journal of Agriculture and Biology*, 4(4), 197–204.
- 62) **Lee, B. H., Annis, P. C., Tumaalii, F., & Choi, W. S.** (2003). Fumigant toxicity of essential oils against stored-product insects. *Journal of Stored Products Research*, 39(1), 77–85.
- 63) **Lis-Balchin, M.** (Éd.). (2002). *Lavender: The genus Lavandula* (1re éd., 296 p.). CRC Press.
- 64) **Lopez, M. D., Jordan, M. J., & Pascual-Villalobos, M. J.** (2008). Toxic compounds

in essential oils active against stored rice pests. *Journal of Stored Products Research*, 44(3), 273– 278.

- 65) **Maithani, A.** (2023). Factors affecting essential oil yield and composition in *Origanum vulgare*. *Industrial Crops and Products*, 65, 112–119.
- 66) **Magan, N., & Aldred, D.** (2007). Post-harvest control strategies: Minimizing mycotoxins. *International Journal of Food Microbiology*, 119 (1–2), 131–139.

- 67) **Marchica, A.** (2021). Plant elicitation and secondary metabolite production in *Salvia officinalis*. *Journal of Medicinal Plants Research*, 15(5), 201–210.
- 68) **Martinez, D. F., & Rogers, C. E.** (2024). Spatial distribution and movement patterns of *Tribolium castaneum* in storage. *Environmental Entomology*, 53(1), 89–98.
- 69) **Moghadam, A.** (2023). Roles of secondary metabolites in plant-environment interactions. *Plant Science Today*, 10(4), 301–309.
- 70) **Nerio, L. S., Olivero-Verbel, J., & Stashenko, E.** (2010). Repellent activity of essential oils: A review. *Bioresource Technology*, 101(1), 372–378.
- 71) **Obeng-Ofori, D., Reichmuth, C., Bekele, J., & Hassanali, A.** (1998). Toxicity and protectant potential of camphor from *Ocimum kilimandscharicum*. *International Journal of Pest Management*, 44(4), 203–209.
- 72) **Oberemok, V. V., & Skorokhod, O. A.** (2014). Histological examination of insects: understanding bioinsecticide action. *Ukrainian Entomological Journal*, 3(1), 24–31.
- 73) **Öztürk, H. İ., Demirci, T., & Demirci, A. Ş.** (2018). Chemical variability of *Salvia officinalis* essential oils. *Industrial Crops and Products*, 121, 180–187.
- 74) **Papachristos, D. P., & Stamopoulos, D. C.** (2002). Toxic and repellent effects of essential oils. *Journal of Stored Products Research*, 38(2), 117–128.
- 75) **Patel, S., Singh, G., & Kumar, A.** (2022). Pharmacological properties of *Rosmarinus officinalis*: bioactive compounds. *Tropical Journal of Natural Product Research*, 8(11), 8945–8954.
- 76) **Pavela, R.** (2015). Essential oils for eco-friendly mosquito larvicides: a review. *Industrial Crops and Products*, 76, 174–187.
- 77) **Pavela, R.** (2016). Essential oils and mosquito control. *Industrial Crops and Products*, 76, 174–187.
- 78) **Pérez-Bonilla, M.** (2018). Chemotypes and industrial potential of wild *Lavandula* species. *Phytochemistry Reviews*, 17(4), 789–802.
- 79) **Perrier.** (1964). *La faune de la France, coléoptères*. Paris : Ed Delagrave, Tome V, 192 p.
- 80) **Philipeau, G.** (1989). How to interpret the results of a principal component analysis. *ITCF, Paris*, 63 p.
- 81) **Pimentel, D.** (2005). Environmental and economic costs of pesticide use. *Environment, Development and Sustainability*, 7(2), 229–252.
- 82) **Regnault-Roger, C., Vincent, C., & Arnason, J. T.** (2012). Essential oils in insect control. *Annual Review of Entomology*, 57, 405–424.
- 83) **Romano, B.** (2013). Biosynthesis of monoterpenes and sesquiterpenes in *Lavandula*

latifolia. Plant Science Today, 10(3), 301–309.

- 84) **Safi, N.** (2021). Étude biologique et lutte contre *Tribolium castaneum*. Mémoire de Master, Université Aboubekr Belkaid Tlemcen, 83 p.

- 85) **Santoro, G. F., et al.** (2021). Antimicrobial and insecticidal activities of carvacrol and thymol. *Phytochemistry Reviews*, 20(3), 623–642.
- 86) **Shaaya, E., Ravid, U., Paster, N., et al.** (1997). Fumigant toxicity of essential oils against storage insects. *Journal of Chemical Ecology*, 23(8), 1837–1847.
- 87) **Smith, J. A., & Johnson, R. L.** (2023). RNA interference targeting hormone genes in *Tribolium castaneum*. *Journal of Insect Physiology*, 145, 104345.
- 88) **Tedjini, H., & Chenine, M.** (2024). Intrusion Detection System Based on Federated Deep Learning. *Mémoire pro, Université Kasdi Merbah*, 56 p.
- 89) **The Plant List.** (2013). *Lavandula latifolia* Medik. Consulté le 28 juin 2025 sur <http://www.theplantlist.org/tpl1.1/record/kew-109936>
- 90) **Tong, F., Coats, J. R., & Duke, S. O.** (2013). Thujone exhibits insecticidal activity. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 107(2), 149–153.
- 91) **Tripathi, A. K., Prajapati, V., & Kumar, S.** (2009). Bioactivities of essential oils against stored grain pests. *Current Science*, 96(4), 499–506.
- 92) **Tripathi, A. K., Upadhyay, S., Bhuiyan, M., & Bhattacharya, P. R.** (2009). Prospects of essential oils as biopesticides. *Journal of Pharmacognosy and Phytotherapy*, 1 (5), 52–63.
- 93) **Turek, C., & Stintzing, F. C.** (2013). Stability of essential oils: a review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 12(1), 40–53.
- 94) **Vidal.** (2012). *Phytothérapie : Romarin – Rosmarinus officinalis*. Consulté le 28 juin 2025 sur <https://www.vidal.fr/parapharmacie/phytotherapie-plantes/romarin-rosmarinus-officinalis.html>
- 95) **Walker, J., Smith, R., & Brown, T.** (2004). Taxonomy and distribution of *Rosmarinus officinalis*. *Botanical Journal*, 78(4), 405–412.
- 96) **Walker, J. B., Sytsma, K. J., Treutlein, J., & Wink, M.** (2004). *Salvia* (Lamiaceae) is not monophyletic. *American Journal of Botany*, 91(7), 1115–1125.
- 97) **Wang, X., Li, Y., Wang, J., Liu, Y., & Zhang, Y.** (2023). Effect of plant EO formulations on *Bemisia tabaci*. *Plants*, 12, 4137.
- 98) **Williams, K. M., & Lee, S. H.** (2023). Efficacy of thyme essential oil against *Tribolium castaneum*. *Pest Management Science*, 79(2), 567–575.
- 99) **Zabka, M., & Pavela, R.** (2013). Antifungal efficacy of natural phenolic compounds. *Chemosphere*, 93(6), 1051–1056.
- 100) **Zangar, I., Souguir, S., Laarif, A., & Chaieb, I.** (2013). Toxicity of Eucalyptus essential oils on *Tribolium castaneum*. *Microbiologie et Hygiène Alimentaires*, 25(73), 116–119.

- 101) **Zheljazkov, V. D., Cantrell, C. L., Astatkie, T., & Jeliazkova, E. A.** (2021).
Distillation time effects on rosemary oil yield and composition. *Industrial Crops and Products*, 170, 113696.

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE BLIDA 1

FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE
DEPARTEMENT DE BIOTECHNOLOGIES ET AGRO-ECOLOGIE



Mémoire de Fin d'études

En vue de l'obtention de Diplôme de Master Académique

Filière biotechnologies

Spécialité : Biotechnologie et valorisation des plantes.

**Recherche du potentiel insecticide chez quatre huiles essentielles en
vue de leur utilisation pour la conservation de quelques céréales et
leurs dérivés**

Présenté par

BELHACENE Amira
MESSADI Ramzi
ZERMANE Soufiane

Devant le jury composé de :

- Mme BACHIR K
- Mme BOUTEKRAFT N.
- Mme MOUMENE S.

M.C.B

M.C.B

Pr.

USDB1

UALG1

USDB1

Présidente

Examinatrice

Promotrice

Année universitaire : 2024/2025

Dr. BOUTEKRAFT N.
NP