



République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique

جامعة زيان عاشور - الجلفة

Université Ziane Achour – Djelfa

كلية علوم الطبيعة والحياة

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

قسم البيولوجيا

Département de Biologie

Projet de fin d'étude

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en biologie

Option : Biotechnologie végétale

Étude de l'activité insecticide des extraits de plante

Anabasis articulata et Noaea mucronata

Présentée par: Meriem NADJEM

Membres du jury d'évaluation :

Président : Mme A. Guerzou

Professeur Université de Djelfa

Promotrice : Mme Souhila TOUIL

MCA Université de Djelfa

Examinatrice : Mme A. Korichi

MAB Université de Djelfa

Année Universitaire : 2025 /2026

Remerciements

Je rends grâce à Dieu qui m'a guidée et aidée à mener à bien ce travail.

*Je tiens à adresser mes sincères remerciements et ma profonde gratitude à ma directrice de mémoire, **Mme Souhila TOUIL**, pour son excellent encadrement, ses précieux conseils et ses recommandations scientifiques qui ont joué un rôle déterminant dans la réalisation de ce mémoire.*

Je tiens également à remercier chaleureusement les membres du jury d'évaluation, qui ont bien voulu accepter d'examiner et d'évaluer ce travail, ainsi que pour leurs précieuses remarques qui ont contribué à enrichir cette recherche.

Je n'oublierai pas d'exprimer ma reconnaissance à tous les enseignants de la spécialité de biotechnologie végétale, qui ont contribué à ma formation scientifique tout au long de mes années d'études et qui m'ont transmis les connaissances et l'expérience nécessaires à la réalisation de ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à l'élaboration de ce mémoire.

Enfin, je rends grâce à Dieu, en premier lieu et en dernier lieu, pour l'achèvement de ce travail.

Dédicace

À Dieu, par Sa grâce s'accomplissent les bonnes œuvres.

Je dédie cet humble travail à la personne qui m'est la plus chère, à celle qui a été et reste ma source de force et mon soutien dans cette vie : ma mère bien-aimée, qui ne m'a jamais privée de son soutien, de son amour et de son dévouement, et qui a été la lumière qui a éclairé mon chemin à chaque étape.

À l'âme de mon père, que Dieu lui accorde Sa miséricorde, qui, bien qu'absent, reste présent dans mon cœur et qui m'a poussée à persévérer et à ne jamais baisser les bras. Je prie Dieu de l'entourer de Sa miséricorde infinie et de lui accorder une place dans les vastes paradis.

À mes chers frères, qui ont été pour moi un soutien et des encouragements constants tout au long de mon parcours.

À mon amie et collègue Khaoula HEFFAF, qui a partagé avec moi les moments de ce parcours et qui a été pour moi la meilleure des compagnes et des soutiens.

À tous ceux qui m'ont enseigné quoi que ce soit et qui ont contribué à cette réussite, je dédie ce modeste travail, fruit de mes efforts.

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى تقييم النشاط الحشري للمستخلصات الإيثانولية الخام (70 %) وجسيمات الفضة النانوية (AgNPs) المصنعة بيولوجياً من نباتي السهوب الجزائرية *Anabasis articulata* (Forssk.) Moq. و *Noaea mucronata* (Forssk.) Asch. & Schweinf. (المرامية / Amaranthaceae) ضد حشرة *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797) غمدية الأجنحة Tenebrionidae ، أحد أخطر آفات المخزونات الحبوبية.

اختُبر النشاط الحشري عبر ثلاثة أساليب تعرّض: الاتصال المباشر، والابتلاع، والتبخير، وذلك بأربع تركيزات 100 %، 50 %، 25 % و 12,5 % (وزمني مراقبة) 24 ساعة و 48 ساعة. كشفت النتائج أن المستخلص الخام لـ *A. articulata* يُمثل أقوى معاملة في الدراسة، إذ أحدث نفوقاً تاماً 100 % عبر الاتصال المباشر على جميع التركيزات المُختبرة منذ 24 ساعة، ويغزى ذلك إلى قلوباته النيكوتينية (الأنابازين) التي تعمل ناهضة لمستقبلات nAChR في الجهاز العصبي للحشرة. أما مستخلص *N. mucronata* فتميّز بمساري عمل مزدوجين (اتصال: 66,7-86,7 %؛ ابتلاع: حتى 20 % عند 48 ساعة)، وهو وضع فريد من بين جميع المعاملات. وأظهرت جسيمات AgNPs المشتقة من *N. mucronata* نفوقاً بلغ 100 % عبر الاتصال عند التركيز الأعلى منذ 24 ساعة، لكن دون وجود علاقة واضحة بين الجرعة والاستجابة (حيث كان التركيز 12,5 % أكثر فعالية من 25 %). في المقابل، أبدت AgNPs المشتقة من *A. articulata* نشاطاً معتدلاً (60-87 %) ومستقلاً عن الجرعة. كما تمّ رصد نشاط تبخيري لكلا النوعين، يشير إلى دور المركبات التيربينية المتطايرة. تؤسس هذه الدراسة، لأول مرة، الإمكانيات المبيدية الحيوية لهذين النوعين الصحراويّين وتفتح آفاقاً واعدة لحماية المخزونات الحبوبية الجزائرية وفق مبادئ مكافحة متكاملة.

الكلمات المفتاحية: *Anabasis articulata* · *Noaea mucronata* · *Tribolium castaneum*. نشاط حشري. جسيمات الفضة النانوية

ABSTRACT

This study evaluates the insecticidal activity of crude ethanolic extracts (70 %) and biosynthesized silver nanoparticles (AgNPs) from two Algerian steppe plants — *Anabasis articulata* (Forssk.) Moq. and *Noaea mucronata* (Forssk.) Asch. & Schweinf. (Amaranthaceae) — against *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797) (Coleoptera: Tenebrionidae), a major pest of stored cereals. Insecticidal activity was assessed through three exposure methods: direct contact, ingestion, and fumigation, at four concentrations (100 %, 50 %, 25 %, and 12.5 %) and two observation intervals (24 h and 48 h).

Results show that the crude extract of *A. articulata* is the most potent treatment, inducing 100 % contact mortality at all tested concentrations from 24 h onwards, attributed to its nicotinic alkaloids (anabasine). The extract of *N. mucronata* exhibits a dual mode of action (contact: 66.7–86.7 %; ingestion: up to 20 % at 48 h), unique among all tested treatments. AgNPs from *N. mucronata* reached 100 % contact mortality at the highest dose within 24 h, although without a strictly linear dose–response relationship (the 12.5 % dose being more effective than the 25 % dose). AgNPs from *A. articulata* showed moderate, dose-independent activity (60–87 %). Fumigant activity was detected for both species, implicating volatile terpenic compounds.

This study establishes, for the first time, the biopesticidal potential of these two understudied Saharan species and opens perspectives for the integrated protection of Algerian cereal stocks.

Keywords: *Tribolium castaneum* · *Anabasis articulata* · *Noaea mucronata* · insecticidal activity · silver nanoparticles ·

RÉSUMÉ

Cette étude évalue l'activité insecticide des extraits bruts éthanoliques (70 %) et des nanoparticules d'argent (AgNP) biosynthétisées à partir de deux plantes de la steppe algérienne — *Anabasis articulata* (Forssk.) Moq. et *Noaea mucronata* (Forssk.) Asch. & Schweinf. (Amaranthacées) — contre *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797) (Coleoptera : Tenebrionidae), ravageur majeur des stocks céréaliers. L'activité insecticide a été testée selon trois modalités d'exposition : contact direct, ingestion et fumigation, à quatre concentrations (100 %, 50 %, 25 % et 12,5 %) et deux temps d'observation (24 h et 48 h).

Les résultats révèlent que l'extrait brut d'*A. articulata* est le traitement le plus efficace, induisant une mortalité absolue de 100 % par contact à toutes les concentrations et dès 24 h, attribuée à ses alcaloïdes nicotiniques (anabasine). L'extrait de *N. mucronata* présente une double voie d'action (contact : 66,7–86,7 % ; ingestion : jusqu'à 20 % à 48 h), unique parmi les traitements testés. Les AgNP de *N. mucronata* atteignent 100 % de mortalité par contact à la dose maximale dès 24 h, mais sans relation dose-réponse strictement linéaire (la dose 12,5 % étant plus efficace que la dose 25 %). Les AgNP d'*A. articulata* montrent une activité modérée (60–87 %) et dose-indépendante. Une activité fumigante a été détectée pour les deux espèces, suggérant l'implication de composés terpéniques volatils.

L'étude établit ainsi le potentiel biopesticide de ces deux espèces sahariennes peu valorisées et ouvre des perspectives pour la protection intégrée des stocks céréaliers algériens.

Mots-clés : *Anabasis articulata* · *Noaea mucronata* · *Tribolium castaneum* · activité insecticide · nanoparticules d'argent.

Liste des Figures

Figure 1	<i>Tribolium castaneum</i> (Herbst, 1797) adulte (vue dorsale). (Photo : Greb, 2005, USDA).	8
Figure 2	Cycle de vie de <i>Tribolium castaneum</i> (Herbst, 1797)	9
Figure 3	<i>Anabasis articulata</i> (photo personnelle, 2026)	31
Figure 4	<i>Noaea mucronata</i> (photo personnelle, 2026)	31
Figure 5	Localisation du site de collecte d' <i>Anabasis articulata</i> (Messaad)	32
Figure 6	Localisation du site de collecte de <i>Noaea mucronata</i> (El Maalba)	32
Figure 7	Principales étapes de préparation de l'extrait brut éthanolique à partir des plantes étudiées.	34
Figure 8	Illustration des principales étapes de la biosynthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs) : changement de couleur, centrifugation et suspension finale des AgNPs.	35
Figure 9	Spectre UV-Visible des AgNP biosynthétisées à partir d' <i>A. articulata</i>	36
Figure 10	Spectre UV-Visible des AgNP biosynthétisées à partir de <i>N. mucronata</i>	36
Figure 11	Dispositif expérimental du test de contact sur <i>Tribolium castaneum</i> .	37
Figure 12	Dispositif expérimental du test d'ingestion sur <i>Tribolium castaneum</i> .	37
Figure 13	Dispositif expérimental du test de fumigation (répulsion) sur <i>Tribolium castaneum</i> .	38

Liste des tableaux

Tableau 1 Caractéristiques des espèces végétales étudiées, <i>Anabasis articulata</i> et <i>Noaea mucronata</i> (Matériel végétal)	33
Tableau 2 Préparation des différentes concentrations testées (extraits végétaux et nanoparticules d'argent)	36
Tableau 3 Mortalité (%) $\pm$ ET de <i>T. castaneum</i> exposé aux AgNP d' <i>A. articulata</i> (Contact et Ingestion)	40
Tableau 4 Mortalité (%) $\pm$ ET de <i>T. castaneum</i> exposé à l'extrait brut d' <i>A. articulata</i> (Contact et Ingestion)	40
Tableau 5 Mortalité (%) $\pm$ ET de <i>T. castaneum</i> exposé aux AgNP de <i>N. mucronata</i> (Contact et Ingestion)	41
Tableau 6 Mortalité (%) $\pm$ ET de <i>T. castaneum</i> exposé à l'extrait brut de <i>N. mucronata</i> (Contact et Ingestion)	41
Tableau 7 Activité fumigante — Nombre d'insectes ayant fui (sur 5) après exposition aux vapeurs des extraits et nanoparticules.	42

Liste des abréviations

Abréviation	Signification
AChE	Acétylcholinestérase
AgNP	Nanoparticules d'argent
AgNO ₃	Nitrate d'argent
APG	Angiosperm Phylogeny Group
CAS	Chemical Abstracts Service
CL ₅₀ / CL ₉₀	Concentration Létale 50 % / 90 %
CYP	Cytochromes P450
DLS	Diffusion Dynamique de la Lumière
EST	Estérases
FTIR	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
GABA	Acide γ -aminobutyrique
GST	Glutathion-S-transférases
HPLC	Chromatographie en Phase Liquide Haute Performance
HSP	Heat Shock Proteins (Protéines de choc thermique)
IPM	Integrated Pest Management (Gestion Intégrée des Ravageurs)
MET	Microscopie Électronique à Transmission
MS	Spectrométrie de Masse
nAChR	Récepteurs nicotiniques à l'acétylcholine
NaBH ₄	Borohydrure de sodium
PDI	Indice de polydispersité
PIC	Protection Intégrée des Cultures
PIP	Plant-Incorporated Protectants
ROS	Reactive Oxygen Species (Espèces Réactives de l'Oxygène)
rpm	Tours par minute
SD	Écart-type (Standard Deviation)
SPR	Résonance Plasmonique de Surface

UV-Vis	Spectroscopie Ultraviolette-Visible
°C	Degré Celsius μ L Microlitre

Sommaire

REMERCIEMENTS	II
DÉDICACE	III
RÉSUMÉ	IV-V-VI
LISTE DES FIGURES	VII
LISTE DES TABLEAUX	VIII
LISTE DES ABRÉVIATIONS	IX
INTRODUCTION	1

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : *TRIBOLIUM CASTANEUM*

I.1. Systématique et description morphologique	7
I.2. Cycle biologique et développement	8
I.3. Exigences écologiques et distribution géographique	9
I.4. Dégâts et impact économique	10
I.5. Mécanismes de résistance aux insecticides chimiques	11

CHAPITRE II : LES BIOPESTICIDES D'ORIGINE VÉGÉTALE

II.1. Définition et classification des biopesticides	13
II.2. Principaux groupes de composés phytochimiques insecticides	13
II.3. Avantages et contraintes des phytopesticides	16
II.4. Bioessais insecticides : protocoles standardisés	17
II.5. Lutte intégrée contre les ravageurs des stocks et place des biopesticides	17

CHAPITRE III : LES NANOPARTICULES D'ARGENT BIOSYNTHÉTISÉES

III.1. Nanotechnologie verte et biosynthèse des AgNP	20
III.2. Mécanismes d'action insecticide des AgNP	21
III.3. Activité insecticide des AgNP sur les insectes ravageurs des stocks	22

III.4. Caractérisation physicochimique des AgNP biosynthétisées	23
---	----

CHAPITRE IV : PRÉSENTATION DES PLANTES ÉTUDIÉES

IV.1. <i>Anabasis articulata</i> — le « hadj » saharien	25
IV.1.1. Systématique et distribution	25
IV.1.2. Composition phytochimique	26
IV.1.3. Usages ethnobotaniques et données pharmacologiques	26
IV.2. <i>Noaea mucronata</i> — la noée mucronée	27
IV.2.1. Systématique et distribution	27
IV.2.2. Composition phytochimique	28
IV.2.3. Usages ethnobotaniques et données pharmacologiques	28

PARTIE EXPÉRIMENTALE

CHAPITRE V : MATÉRIEL ET MÉTHODE

V.1. Matériel	31
V.1.1. Matériel végétal	31
V.1.2. Matériel biologique	33
V.2. Méthode	33
V.2.1. Préparation de l'éthanol à 70 %	33
V.2.2. Préparation des extraits végétaux	33
V.2.3. Préparation de la solution métallique	34
V.2.4. Synthèse verte des nanoparticules d'argent	34
V.2.5. Caractérisation des nanoparticules d'argent	35
V.2.6. Préparation des concentrations	36
V.2.7. Test de toxicité par contact	36
V.2.8. Test de toxicité par ingestion	37
V.2.9. Test de répulsion (fumigation)	38

V.3. Correction d'Abbott et analyses statistiques	38
V.4. Résultats	39
1. <i>Anabasis articulata</i>	39
1.1 AgNP biosynthétisées — Activité par contact et ingestion	39
1.2 Extrait brut éthanolique — Activité par contact et ingestion	40
2. <i>Noaea mucronata</i>	41
2.1 AgNP biosynthétisées — Activité par contact et ingestion	41
2.2 Extrait brut éthanolique — Activité par contact et ingestion	41
3. Activité fumigante	42
V.5. Discussion	43
1. Contexte et justification du choix des espèces	43
2. Activité insecticide par contact : analyse détaillée et mécanismes	44
2.1. <i>Anabasis articulata</i> — extrait brut : efficacité absolue	44
2.2. <i>Anabasis articulata</i> — AgNP : activité modérée et dose-indépendante	44
2.3. <i>Noaea mucronata</i> — AgNP : activité variable sans relation dose-réponse linéaire	45
2.4. <i>Noaea mucronata</i> — extrait brut : efficacité stable	45
3. Activité insecticide par ingestion : une voie d'action secondaire et variable	46
4. Activité fumigante : rôle des composés volatils	47
5. Mécanismes d'action des AgNP : analyse moléculaire	47
6. Comparaison avec la littérature et originalité de l'étude	49
7. Implications pratiques et perspectives d'application	49
CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES	51
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	55

INTRODUCTION

La sécurisation des stocks de céréales et de produits alimentaires transformés représente l'un des défis les plus pressants de la sécurité alimentaire mondiale, en particulier dans les pays à économie agro-pastorale comme l'Algérie. Les pertes post-récolte imputables aux insectes ravageurs des denrées stockées sont estimées entre 20 et 40 % dans les pays du Maghreb, selon les conditions de stockage, et peuvent compromettre durablement la disponibilité alimentaire des populations rurales (Bekele & Hassanali, 2001).

Parmi les insectes ravageurs des stocks, *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797) (Coleoptera : Tenebrionidae), communément appelé tribolium roux ou charançon rouge de la farine, occupe une place particulièrement préoccupante. Ce coléoptère cosmopolite infeste principalement les farines, les céréales décortiquées, les légumineuses et les produits alimentaires transformés, causant des pertes directes par consommation des réserves et des pertes indirectes par contamination (fèces, cadavres, odeurs). Sa remarquable plasticité thermique — optimum reproductif entre 30 et 35 °C, compatible avec les températures ambiantes des entrepôts algériens en été — ainsi que sa capacité à développer des résistances multiples aux insecticides chimiques de synthèse en font un ravageur prioritaire pour les programmes de lutte intégrée (Arthur & Throne, 2003 ; Daglish, 2008).

La lutte conventionnelle contre ce ravageur repose principalement sur l'utilisation d'insecticides chimiques de synthèse — organophosphorés (malathion, pirimiphos-méthyl), pyréthriinoïdes (deltaméthrine) et fumigants (phosphure d'aluminium) — dont l'efficacité est de plus en plus compromise par le développement de mécanismes de résistance (mutations des cibles moléculaires, amplification enzymatique des cytochromes P450 et des estérases). Par ailleurs, les risques sanitaires pour les opérateurs et les consommateurs, les résidus chimiques dans les denrées traitées et les impacts environnementaux négatifs de ces substances poussent les régulateurs à restreindre progressivement leur usage (Isman, 2006). Dans ce contexte, le développement de biopesticides d'origine végétale s'impose comme une alternative scientifiquement fondée, économiquement réaliste et réglementairement encouragée.

L'Algérie dispose d'une flore médicinale saharienne et steppique originale, encore largement sous-exploitée sur le plan insecticide. La présente étude porte sur deux Amaranthacées des zones arides algériennes : *Anabasis articulata* (Forssk.) Moq., arbuste succulent des dépressions sableuses sahariennes, reconnu pour sa teneur en alcaloïdes nicotiniques — principalement l'anabasine — aux propriétés neuroactives documentées sur les insectes (Salama & Hamid Saleh, 1996 ; Boubenna et al., 2020), et *Noaea mucronata* (Forssk.) Asch. & Schweinf., plante halophyte épineuse des hautes plaines steppiques, riche en saponines stéroïdiques, flavonoïdes (quercétine, kaempférol) et composés terpéniques (Boozaya et al., 2022). Si *A. articulata* a fait l'objet de quelques travaux sur d'autres coléoptères ravageurs, *N. mucronata* demeure quasi inexploitée sur le plan insecticide, conférant à cette étude une valeur pionnière indiscutable.

Ce travail intègre une dimension nanotechnologique innovante en évaluant, en parallèle des extraits bruts, des nanoparticules d'argent (AgNP) biosynthétisées à partir des extraits végétaux eux-mêmes. La biosynthèse verte des AgNP consiste à réduire les ions argent (Ag^+ issus de la dissolution d' AgNO_3) en argent nanoparticulaire (Ag^0) grâce aux agents réducteurs naturels contenus dans les extraits (polyphénols, flavonoïdes, alcaloïdes, acides organiques). Les biomolécules phytochimiques ainsi adsorbées à la surface des nanoparticules —formant un couche de revêtement organique — confèrent simultanément leur stabilité colloïdale et leurs propriétés insecticides (Mishra et al., 2014 ; Iravani, 2011). Les AgNP biosynthétisées présentent ainsi un potentiel d'action synergique double : la toxicité métallique des ions Ag^+ libérés in situ, et l'activité biologique des composés phytochimiques adsorbés. Cette approche, qui valorise la biodiversité végétale algérienne comme matière première pour la conception de nanobiopesticides, est évaluée pour la première fois sur *T. castaneum* à partir de ces deux espèces.

Le présent travail poursuit trois objectifs complémentaires :

1. Évaluer et comparer l'activité insecticide des extraits éthanoliques (70 %) et des AgNP biosynthétisées d'*A. articulata* et de *N. mucronata* contre les adultes de *Tribolium castaneum* en conditions de laboratoire ;

2. Comparer l'efficacité de trois modalités d'exposition — contact direct, ingestion et fumigation — à quatre niveaux de concentration (12,5 %, 25 %, 50 % et 100 %) et à deux temps d'observation (24 et 48 heures)
3. Discuter les mécanismes d'action possibles en relation avec la composition phytochimique des espèces étudiées, afin d'identifier les candidats les plus prometteurs pour un développement ultérieur en formulation biopesticide.

Partie Bibliographique

Chapitre I

Tribolium castaneum

I.1. Systématique et description morphologique

Tribolium castaneum (Herbst, 1797) est un insecte holométabole appartenant à l'ordre des Coléoptères (Coleoptera), à la famille des Ténébrionidés (Tenebrionidae).

Sa position taxonomique est la suivante :

Règne : Animalia

Embranchement : Arthropoda

Classe : Insecta

Ordre : Coleoptera

Famille : Tenebrionidae

Genre : Tribolium

Espèce : *T. castaneum* (Herbst, 1797).

Le genre *Tribolium* comprend environ 45 espèces connues à ce jour, dont les plus importantes sur le plan économique sont *T. castaneum* (tribolium roux de la farine) et *T. confusum* du Val (tribolium brun de la farine) (Sokoloff, 1977 ; Trematerra & Sciarretta, 2004).

T. castaneum est un coléoptère de petite taille (2,3 à 4,4 mm de longueur), au corps aplati dorso-ventralement, de couleur brun-rougeâtre uniforme. Les élytres présentent des stries longitudinales ponctuées bien visibles à la loupe binoculaire. Les antennes sont caractéristiquement massues, terminées par une massue de trois articles bien délimités, ce qui permet de le distinguer aisément de *T. confusum* dont la massue est à gradation progressive (Halstead, 1986). Les pattes sont robustes, adaptées à la locomotion rapide dans les substrats farineux. Les larves, de couleur blanc-jaunâtre, atteignent 6–7 mm à maturité et présentent des cerques terminaux chitinisés caractéristiques du genre (Sokoloff, 1977). **(Figure 1)**



Figure 1: *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797) adulte (vue dorsale). Photo par Peggy Greb, USDA Agricultural Research Service (2005) [Domaine public].

I.2. Cycle biologique et développement

Le développement de *T. castaneum* est holométabole, comprenant quatre stades : œuf, larve (6 à 11 instars selon les conditions), nymphe et imago. Dans des conditions optimales de température (32–35 °C) et d'humidité relative (70–75 %), la durée totale du cycle de développement est d'environ 26 à 30 jours. À 25 °C, cette durée s'étend à 50–60 jours, et le développement est pratiquement arrêté en dessous de 18 °C (Sokoloff, 1977 ; Arbogast, 1991).

Les femelles pondent leurs œufs individuellement dans le substrat alimentaire, à raison de 2 à 10 œufs par jour, pour un total de 400 à 1 000 œufs au cours de la vie d'une femelle (durée de vie de 6 à 36 mois selon les conditions). Les œufs, de forme ovale et mesurant environ 0,6 mm, sont recouverts d'une sécrétion collante qui leur permet d'adhérer aux particules de farine, les rendant difficiles à séparer mécaniquement (Arthur & Throne, 2003). Les larves consomment activement le substrat et muent successivement avant de nymphoser librement dans le substrat. Les adultes, très mobiles et dotés d'ailes fonctionnelles permettant des vols de dispersion, sont capables de s'alimenter et de se reproduire dès leur émergence (Trematerra & Sciarretta, 2004). **(Figure 2)**

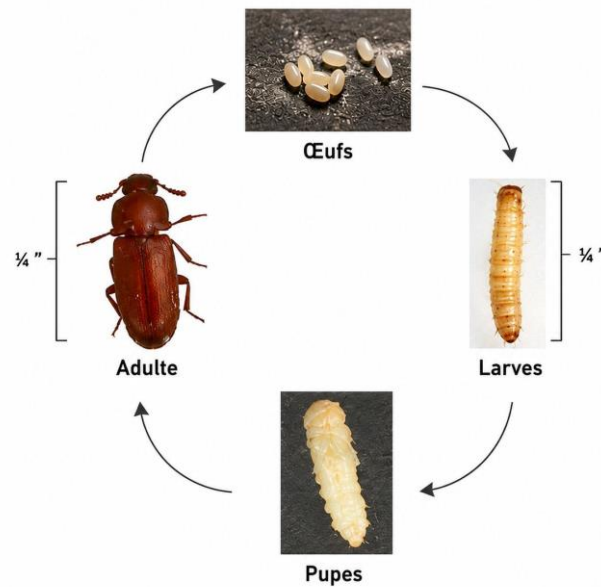


Figure 2 : Cycle de vie de *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797).
 Source : Adapté de U.S. Army Public Health Command (Provisional), 2010.

I.3. Exigences écologiques et distribution géographique

T. castaneum est l'insecte des stocks le plus cosmopolite au monde. Originaire de l'Inde ou d'Afrique tropicale, il est aujourd'hui présent sur tous les continents et dans la quasi-totalité des pays producteurs ou importateurs de céréales (Halstead, 1986). Il est particulièrement abondant dans les zones tropicales et subtropicales, ce qui inclut le Maghreb et l'Algérie, où les conditions estivales sont particulièrement favorables à son développement. Sa plasticité écologique est remarquable : il tolère des températures de 15 à 42 °C et des hygrométries de 10 à 90 %, avec un optimum de développement à 32–35 °C et 70 % HR. Sa remarquable tolérance à la chaleur et à la dessiccation, liée à une cuticule riche en lipides et à des mécanismes de résistance au stress thermique (protéines HSP), lui confère un avantage compétitif dans les entrepôts de stockage non climatisés (Sokoloff, 1977 ; Eliopoulos et al., 2015).

I.4. Dégâts et impact économique

L'impact économique de *T. castaneum* sur les stocks de céréales est considérable. Ce ravageur est qualifié de « secondaire » au sens où il est incapable de s'attaquer aux grains sains à téguments intacts, mais il devient « primaire » dans les farines, semoules, produits transformés et céréales endommagées par d'autres agents. Ses dégâts résultent de plusieurs mécanismes :

- (i) Consommation directe de l'endosperme et de l'embryon des grains brisés ;
- (ii) Contamination des stocks par les exuvies larvaires, les fèces et les cadavres ;
- (iii) Altération organoleptique par les sécrétions des glandes coxales — benzoquinones (2-éthyl-1,4-benzoquinone et méthyl-1,4-benzoquinone) — qui confèrent aux denrées contaminées une odeur caractéristique âcre et les rendent impropres à la consommation humaine (Halstead, 1986 ; Trematerra & Sciarretta, 2004). À l'échelle mondiale, les pertes post-récolte imputables aux insectes des stocks, dont *T. castaneum* est l'un des principaux responsables, sont estimées entre 9 et 20 % de la production totale, représentant des centaines de millions de tonnes par an (Bekele & Hassanali, 2001).

En Algérie, les pertes post-récolte de céréales sont estimées entre 15 et 30 % selon les études, avec une forte variabilité régionale. Les conditions de stockage défavorables — locaux non étanches, absence de traitement préventif systématique, températures élevées en été — créent des conditions particulièrement propices à la prolifération de *T. castaneum* et des autres ravageurs des stocks. Ces pertes représentent un manque à gagner économique considérable pour un pays importateur net de céréales (Arthur & Throne, 2003 ; Daglish, 2008).

I.5. Mécanismes de résistance aux insecticides chimiques

L'un des facteurs aggravants de la problématique *T. castaneum* est sa capacité avérée à développer des résistances aux insecticides chimiques de synthèse utilisés pour la protection des stocks. Des résistances ont été documentées pour pratiquement toutes les familles chimiques utilisées en stockage : organophosphorés (malathion, pirimiphos-méthyl), pyréthrinoïdes (deltaméthrine, cyperméthrine), organochlorés (lindane, dieldrine — aujourd'hui interdits) et carbamates (Bass & Field, 2011 ; Daglish, 2008).

Les mécanismes de résistance identifiés chez *T. castaneum* comprennent :

- 1) Des mutations des gènes cibles — mutation kdr (knock-down resistance) dans le canal sodium voltage-dépendant pour les pyréthrinoïdes, mutations dans les gènes AChE pour les organophosphorés et carbamates ;
- 2) Une amplification de l'activité des enzymes de détoxification — cytochromes P450 (CYP), estérases non spécifiques (EST), glutathion-S-transférases (GST) — permettant la dégradation métabolique accélérée des insecticides ;
- 3) Une réduction de la pénétration cuticulaire par épaissement de la cuticule et modification de sa composition en lipides (Bass & Field, 2011). La résistance multiple (cross-resistance) est particulièrement problématique : des souches résistantes au malathion montrent souvent une tolérance accrue à d'autres organophosphorés et même aux pyréthrinoïdes (Guittard et al., 1999). Ce phénomène renforce l'urgence du développement de biopesticides à mécanismes d'action novateurs.

Chapitre II
Les biopesticides d'origine
Végétale : principes actifs et
mécanismes

II.1. Définition et classification des biopesticides

Le terme « biopesticide » désigne, au sens large, tout agent de lutte contre les ravageurs d'origine biologique ou naturelle, par opposition aux insecticides chimiques de synthèse. Au sens strict réglementaire (selon l'Agence de Protection de l'Environnement américaine — US EPA), les biopesticides comprennent trois grandes catégories :

- 1) Les biopesticides microbiens (bactéries, champignons, virus insectopathogènes)
- 2) Les substances biochimiques d'origine naturelle (phéromones, extraits végétaux, huiles essentielles)
- 3) Les plantes transgéniques incorporant des gènes pesticides (Plant-Incorporated Protectants — PIP) (Isman, 2006 ; Pavela & Benelli, 2016).

Les biopesticides d'origine végétale — également appelés botanicals ou phytopesticides — constituent la catégorie la plus diversifiée et la plus anciennement utilisée. Ils comprennent les huiles essentielles, les extraits polaires (aqueux, éthanoliques, méthanoliques), les poudres végétales et les composés purifiés d'origine végétale. Parmi les phytopesticides historiquement importants, citons la roténone (*Derris elliptica*), les pyréthrinés naturels (*Chrysanthemum cinerariaefolium*), la nicotine (*Nicotiana tabacum*), l'azadirachtine (*Azadirachta indica*) et le limonène (*Citrus* spp.) (Isman, 2006).

II.2. Principaux groupes de composés phytochimiques insecticides

II.2.1. Les alcaloïdes

Les alcaloïdes sont des composés organiques azotés d'origine secondaire, biosynthétisés à partir d'acides aminés précurseurs. Plus de 12 000 alcaloïdes ont été identifiés dans le règne végétal. Leur activité insecticide repose principalement sur leur capacité à interagir avec les systèmes de neurotransmission des insectes (Rattan, 2010).

Parmi les alcaloïdes insecticides les mieux caractérisés, l'anabasine — principal alcaloïde d'*Anabasis articulata* — mérite une attention particulière. L'anabasine ($C_{10}H_{14}N_2$) est un alcaloïde pipéridinique qui partage avec la nicotine (alcaloïde de référence) une structure

comportant un cycle pyridine. Elle agit comme agoniste sélectif des récepteurs nicotiniques à l'acétylcholine (nAChR) du système nerveux central des insectes, provoquant une dépolarisation membranaire persistante, une libération continue de neurotransmetteurs, des contractions musculaires tétaniques et, à doses létales, la mort par paralysie respiratoire et cardiaque (Tomizawa & Casida, 2005). Ce mécanisme d'action est analogue à celui des néonicotinoïdes synthétiques (imidaclopride, thiamethoxam), devenus les insecticides les plus vendus au monde. Contrairement à ces derniers, l'anabasine et les alcaloïdes végétaux sont biodégradables et présentent une sélectivité plus favorable vis-à-vis des vertébrés en raison des différences structurales des nAChR entre insectes et mammifères (Tomizawa & Casida, 2005 ; Balandrin et al., 1985).

D'autres alcaloïdes importants pour la lutte insecticide comprennent les alcaloïdes stéroïdiques (solanine, tomatidine), les quinolizidines (lupinine, spartéine), les indolizidines (swainsonine) et les pyrrolizidines. Plusieurs espèces d'Amaranthacées — famille à laquelle appartiennent *A. articulata* et *N. mucronata* — sont connues pour leur richesse en alcaloïdes bioactifs, dont la mucronine pour *N. mucronata* (Boozaya et al., 2022 ; Salama & Hamid Saleh, 1996).

II.2.2. Les terpènes et huiles essentielles

Les terpènes constituent la plus grande famille de composés végétaux secondaires, avec plus de 55 000 structures identifiées. Ils sont classés selon leur nombre d'unités isopréniques (C₅)

: monoterpènes (C₁₀), sesquiterpènes (C₁₅), diterpènes (C₂₀), triterpènes (C₃₀) et polyterpènes.

Les monoterpènes et sesquiterpènes, constituants majeurs des huiles essentielles, sont les plus étudiés pour leur activité insecticide (Isman, 2006 ; Pavela et al., 2017).

Le mécanisme d'action insecticide des monoterpènes est multiple :

- (i) Inhibition de l'acétylcholinestérase (AChE) — pour le linalol, le géraniol, le carvacrol — entraînant une accumulation d'acétylcholine dans la synapse neuromusculaire ;

- (ii) Interaction avec les canaux chlorure activés par le GABA (acide γ -aminobutyrique) — pour le p-cymène et les thymols — induisant une hyperpolarisation membranaire (mode d'action analogue aux cyclodiènes et phénylpyrazoles) ;
- (iii) Activation des récepteurs à l'octopamine — pour l' α -pinène, le limonène, le linalol — dont la stimulation excessive provoque une hyperactivité neuromusculaire, une désorientation comportementale et la mort par épuisement (Kostyukovsky et al., 2002). Ces multiples cibles moléculaires, différentes de celles des insecticides de synthèse, limitent les risques de résistances croisées.

Les saponines triterpéniques et stéroïdiques, composés terpéniques amphiphiles abondants chez les Amaranthacées, exercent quant à elles une action insecticide par perturbation de l'intégrité membranaire : leur partie hydrophobe s'insère dans la bicouche phospholipidique des membranes cellulaires de l'insecte, formant des pores transmembranaires et induisant une lyse cellulaire partielle. Cette action est particulièrement efficace sur les cellules épithéliales du mésentéron, expliquant en partie l'activité insecticide par ingestion de certains extraits végétaux riches en saponines (Melzig et al., 2001).

II.2.3. Les polyphénols : flavonoïdes et tanins

Les polyphénols végétaux constituent un vaste groupe de composés caractérisés par la présence d'au moins un noyau aromatique hydroxylé. Les flavonoïdes — flavones, flavonols, isoflavones, anthocyanes — sont les polyphénols les plus répandus et les mieux caractérisés pour leur activité biologique (Middleton et al., 2000).

Leur activité insecticide est pluri mécanistique :

- 1) Inhibition d'enzymes clés du métabolisme énergétique de l'insecte (ATPases mitochondriales, cytochromes P450) ;
- 2) Propriétés pro-oxydantes générant des radicaux libres (ROS) capables d'oxyder les lipides membranaires et l'ADN cellulaire
- 3) Perturbation de la mue en interférant avec la biosynthèse des hormones ecdystéroïdes

- 4) Effets antialimentaires et répulsifs par action sur les récepteurs gustatifs (Rattan, 2010). *N. mucronata* est riche en flavonoïdes méthoxylés (quercétine, kaempférol, isorhamnétine) dont l'activité biologique documentée inclut des effets cytotoxiques et membranotropes (Boozaya et al., 2022).

Les tanins hydrolysables (gallotanins, ellagitanins) et les tanins condensés (proanthocyanidines) exercent des effets insecticides par précipitation des protéines digestives de l'insecte, inhibant ainsi l'absorption des nutriments. Ils forment également des complexes stables avec les protéines culinaires des parois cellulaires végétales, réduisant la digestibilité des aliments (Bass & Field, 2011 ; Isman, 2006).

II.3. Avantages et contraintes des phytopesticides

Les biopesticides d'origine végétale présentent plusieurs avantages décisifs par rapport aux insecticides chimiques de synthèse. Sur le plan environnemental, ils sont généralement biodégradables (demi-vie de quelques heures à quelques jours), sans accumulation dans les chaînes trophiques et à faible impact sur la faune non-cible (pollinisateurs, prédateurs naturels) (Pavela & Benelli, 2016). Sur le plan sanitaire, ils présentent, pour la grande majorité, une toxicité aiguë et chronique réduite pour les mammifères par rapport aux organophosphorés et pyréthrinoïdes. Sur le plan agronomique, la diversité de leurs cibles moléculaires et la complexité de leurs mélanges rendent improbable le développement rapide de résistances chez les insectes cibles (Isman, 2006).

Les principales contraintes des phytopesticides concernent leur efficacité souvent variable selon les lots de matière végétale (due à la variabilité de la composition phytochimique selon la phénologie, l'origine géographique et les conditions de stockage), leur photodégradation rapide en conditions d'exposition à la lumière UV, leur volatilité élevée pour certains constituants (huiles essentielles), et l'absence souvent de données toxicologiques et réglementaires suffisantes pour leur homologation comme produits phytosanitaires commerciaux (Pavela & Benelli, 2016 ; Mesnage & Antoniou, 2018). L'encapsulation et les techniques de microformulation représentent des solutions technologiques prometteuses pour pallier ces limitations.

II.4. Bioessais insecticides : protocoles standardisés

L'évaluation de l'activité insecticide des préparations végétales contre les insectes des stocks obéit à des protocoles standardisés, développés et validés par des organisations internationales (FAO, ISO, ASTM). Les trois modalités d'exposition évaluées dans la présente étude — contact, ingestion et fumigation — correspondent aux trois voies principales par lesquelles un insecticide peut atteindre sa cible biologique.

Le bioessai par contact consiste à appliquer la substance à tester sur un support ou directement sur l'insecte, en évaluant la mortalité à des intervalles définis. Le bioessai par ingestion incorpore la substance dans le substrat alimentaire de l'insecte, ciblant les effets toxiques par voie orale. Le bioessai par fumigation confine l'insecte dans un espace fermé en présence de vapeurs de la substance à tester, évaluant la toxicité des composés volatils. La combinaison de ces trois modalités permet de caractériser le spectre d'activité d'une préparation et d'orienter les choix de formulation et d'application (Isman, 2006 ; Pavela & Benelli, 2016).

II.5. Lutte intégrée contre les ravageurs des stocks et place des biopesticides

La protection intégrée des cultures (PIC) et, par extension, la gestion intégrée des ravageurs des stocks (IPM — Integrated Pest Management), repose sur la combinaison raisonnée de méthodes préventives, physiques, biologiques et chimiques, dans le but de maintenir les populations de ravageurs en dessous des seuils économiques de nuisibilité tout en minimisant les impacts sur la santé humaine et l'environnement. Dans ce cadre, les biopesticides d'origine végétale occupent une place croissante, entre les méthodes non-chimiques (contrôle thermique, atmosphères modifiées) et les insecticides de synthèse à utilisation restreinte (Isman, 2006).

La démonstration de l'efficacité insecticide d'espèces végétales locales abondantes — comme *A. articulata* et *N. mucronata* en Algérie — présente un intérêt stratégique multiple : valorisation de la biodiversité végétale nationale, création potentielle d'une filière agroindustrielle locale, réduction de la dépendance aux importations d'insecticides chimiques, et adaptation aux exigences réglementaires croissantes en matière de résidus dans

les aliments (Pavela & Benelli, 2016). L'intégration des nanobiopesticides biosynthétisés dans les stratégies IPM représente une avancée complémentaire, permettant des doses d'application réduites et une efficacité prolongée grâce à la libération contrôlée des principes actifs (Benelli, 2016).

Chapitre III

Les nanoparticules d'argent biosynthétisées : propriétés et activité insecticide

III.1. Nanotechnologie verte et biosynthèse des AgNP

Les nanoparticules d'argent (AgNP) sont des agrégats d'atomes d'argent de dimensions nanométriques (1 à 100 nm), dont les propriétés physiques, chimiques et biologiques diffèrent fondamentalement de celles de l'argent massif, en raison de leur surface spécifique très élevée et de l'importance des effets quantiques à cette échelle. Les méthodes de synthèse classiques (réduction chimique par NaBH_4 ou citrate de sodium, synthèse électrochimique, procédés photochimiques) font appel à des réactifs chimiques toxiques et génèrent des déchets nocifs, ce qui a conduit au développement des approches de nanotechnologie verte (Iravani, 2011).

La biosynthèse verte des AgNP utilise des agents biologiques naturels — extraits végétaux, micro-organismes, enzymes purifiées — comme réducteurs et stabilisants, sans recours aux réactifs chimiques toxiques. La méthode à base d'extraits végétaux est la plus développée : les ions argent (Ag^+ , issus de la dissolution de nitrate d'argent AgNO_3) sont réduits en argent nanoparticulaire (Ag^0) par les agents réducteurs contenus dans l'extrait — polyphénols, flavonoïdes, acides organiques, protéines, alcaloïdes. Les biomolécules réductrices, une fois oxydées, s'adsorbent à la surface des nanoparticules en formation, constituant une couche de revêtement organique qui confère leur stabilité colloïdale par répulsion stérique et/ou électrostatique, et maintient leur activité biologique (Mishra et al., 2014 ; Singh et al., 2018).

La taille, la forme et les propriétés biologiques des AgNP biosynthétisées dépendent directement de la composition de l'extrait végétal utilisé, ainsi que des conditions opératoires (pH, température, durée de réaction, concentration en AgNO_3 et en extrait). Les AgNP biosynthétisées à partir de plantes riches en polyphénols et flavonoïdes sont généralement de forme sphérique, de taille comprise entre 5 et 50 nm, et présentent un pic de résonance plasmonique de surface (SPR) caractéristique à 400–450 nm en spectroscopie UV-visible, signature analytique de la formation des nanoparticules (Iravani, 2011 ; Rai et al., 2012).

III.2. Mécanismes d'action insecticide des AgNP

L'activité insecticide des AgNP résulte d'un mécanisme d'action multiple et synergique, qui les distingue des extraits bruts parentaux et des insecticides chimiques conventionnels (Benelli, 2016 ; Pavela et al., 2017).

Le premier mécanisme est la libération d'ions Ag^+ . En milieu aqueux et en conditions de faible pH (comme à la surface cuticulaire des insectes), les AgNP se dissolvent partiellement, libérant des ions argent Ag^+ fortement électrophiles. Ces ions forment des complexes de haute affinité avec les groupements thiol ($-\text{SH}$) des enzymes cuticuo-métaboliques — notamment l'acétylcholinestérase (AChE), les cytochromes P450, les ATPases — ainsi qu'avec les groupements amine ($-\text{NH}_2$) et carboxyle ($-\text{COOH}$) des protéines structurales de la cuticule, les inactivant de manière irréversible (Morones et al., 2005).

Le deuxième mécanisme est la génération de stress oxydatif. Les AgNP catalysent la production de dérivés réactifs de l'oxygène (ROS) — radical superoxyde $\text{O}_2^{\bullet-}$, peroxyde d'hydrogène H_2O_2 , radical hydroxyle $\bullet\text{OH}$ — par des réactions de type Fenton en présence des ions métalliques de transition. Ces ROS induisent une peroxydation des lipides membranaires (lipoperoxydation), une oxydation des protéines fonctionnelles et des dommages à l'ADN des cellules germinales, avec pour conséquences une perturbation des fonctions cellulaires, une réduction de la fécondité et, aux doses élevées, la mort cellulaire (Nair et al., 2010).

Le troisième mécanisme est l'action physique de pénétration cuticulaire. Grâce à leur petite taille ($< 50 \text{ nm}$) et à leur rapport surface/volume élevé, les AgNP peuvent s'insérer entre les lipides de la couche épicuticulaire de l'insecte, augmentant sa perméabilité et favorisant la pénétration des agents chimiques associés (Benelli, 2016). Cette propriété est particulièrement importante pour les insectes à cuticule épaisse comme les Ténébrionidés, chez lesquels la pénétration cuticulaire représente souvent le facteur limitant de l'efficacité des insecticides de contact.

Le quatrième mécanisme est l'action synergique des biomolécules de la couche de revêtement organique. Les composés phytochimiques adsorbés à la surface des AgNP lors de la biosynthèse (alcaloïdes, saponines, polyphénols) maintiennent leur activité biologique intrinsèque et agissent en synergie avec les mécanismes nano-spécifiques décrits ci-dessus. Cette double nature phytochimique-nanométallique est l'un des principaux atouts des nanobiopesticides biosynthétisés par rapport aux agents séparés (Rai et al., 2012 ; Singh et al., 2018).

III.3. Activité insecticide des AgNP sur les insectes ravageurs des stocks

De nombreuses études ont démontré l'efficacité insecticide des AgNP biosynthétisées contre les principaux ravageurs des denrées stockées. Siddique et al. (2020) ont rapporté des mortalités de 58 à 82 % par contact pour des AgNP d'*Azadirachta indica* contre *T. castaneum* à des concentrations de 50 à 200 ppm. Jinu et al. (2016) ont obtenu des taux de mortalité de 60 à 90 % par contact contre plusieurs espèces de coléoptères des stocks avec des AgNP issues de diverses plantes médicinales. Pavela et al. (2016) ont confirmé le potentiel des nano-insecticides biosynthétisés comme classe d'agents de lutte à part entière pour la protection intégrée des denrées stockées.

La relation dose-réponse des AgNP peut présenter des comportements non-monotones, dits d'hormèse, où des concentrations suboptimales induisent paradoxalement des mortalités supérieures à des concentrations plus élevées. Ce phénomène est attribuable à l'agrégation des nanoparticules aux concentrations élevées, qui réduit leur surface spécifique et leur activité biologique effective, ou à des mécanismes de défense de l'insecte qui saturent à faible dose et deviennent inefficaces à dose intermédiaire (Hadrup & Lam, 2014 ; Campolo et al., 2017).

III.4. Caractérisation physicochimique des AgNP biosynthétisées

La caractérisation rigoureuse des AgNP est un prérequis indispensable à l'interprétation de leur activité biologique et à la reproductibilité inter-laboratoires. Les principales techniques utilisées comprennent :

- (i) La spectroscopie UV-visible, pour confirmer la formation des AgNP par détection du pic SPR à 400–450 nm et suivre la cinétique de biosynthèse
- (ii) La microscopie électronique à transmission (MET), pour déterminer la taille, la morphologie et l'homogénéité des lots
- (iii) La diffusion dynamique de la lumière (DLS), pour mesurer le diamètre hydrodynamique et l'indice de polydispersité (PDI) en solution
- (iv) La mesure du potentiel zêta, indicateur de la stabilité colloïdale (seuil de stabilité : $|\zeta| > 30$ mV)
- (v) La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), pour identifier les groupes fonctionnels organiques de la couche de revêtement organique (Iravani, 2011 ; Singh et al., 2018).

Chapitre IV

Présentation des plantes étudiées

IV.1. *Anabasis articulata* (Forssk.) Moq. — le « hadj » saharien

IV.1.1. Systématique et distribution

Anabasis articulata (Forssk.) Moq. est une plante vasculaire appartenant à la famille des Amaranthacées (APG IV, 2016), qui intègre désormais les anciennes Chénopodiaceae. Sa position taxonomique est la suivante :

Embranchement : Phanérogames ou Spermaphytes.

Sous embranchement : Angiospermes.

Classe : Eudicots.

Sous classe : Pré-astéridées.

Ordre : Caryophyllales.

Familles : Amarantacées.

Genre : *Anabasis*.

Espèce : *Anabasis articulata* (Forssk.) Moq.

Le genre *Anabasis* comprend une vingtaine d'espèces, principalement distribuées dans les régions désertiques et semi-arides d'Afrique du Nord, du Moyen-Orient et d'Asie centrale.

A. articulata est une plante ligneuse à la base et herbacée au sommet, de 20 à 80 cm de hauteur, à tiges articulées vertes et succulentes, de section circulaire ou légèrement carrée, réduisant au minimum la surface transpirante dans les conditions xériques. Elle est distribuée sur les grandes étendues désertiques et pré-sahariennes d'Algérie — régions de Ghardaïa, El-Oued, Biskra, Ouargla, Tamanrasset — ainsi qu'au Maroc, en Tunisie, en Libye, en Égypte et dans la péninsule arabique. Elle colonise préférentiellement les substrats sableux des dépressions interdunaires, les regs et les lits d'oueds temporaires (Boubenna et al., 2020).

IV.1.2. Composition phytochimique

La composition phytochimique d'*A. articulata* a été l'objet d'investigations depuis les années 1960. Les groupes de composés identifiés comprennent :

Alcaloïdes pipéridiniques et pyridiniques : l'anabasine (L-anabasine ou (–)-anabasine, CAS 494-52-0) est le composé majoritaire, accompagnée de la lupinine, de l'anafébrine et de traces de nicotine. La teneur en anabasine des parties aériennes varie de 0,1 à 0,8 % de la masse sèche selon la phénologie et l'origine géographique (Salama & Hamid Saleh, 1996 ; Balandrin et al., 1985). L'anabasine est un agoniste des nAChR présentant une toxicité aiguë élevée pour les insectes ($DL_{50} \approx 0,12$ % p/v par ingestion sur larves de lépidoptères) et une toxicité modérée pour les mammifères (DL_{50} orale chez le rat ≈ 29 mg/kg, comparable à la nicotine).

Bétaïnes et acides aminés libres : la bétaïne (triméthylglycine), l'isethionate de bétaïne et la diméthylglycine sont présents en quantités importantes. Ces composés, impliqués dans l'osmorégulation de la plante en conditions de stress hydrique, peuvent contribuer à l'activité insecticide par effets osmotiques sur les membranes de l'insecte.

Saponines triterpéniques : plusieurs saponines triterpéniques (de type oléanane) ont été isolées d'*A. articulata*, dont l'anabasisaponine A et B. Leur activité biologique comprend des effets hémolytiques, cytotoxiques et insecticides documentés in vitro (Salama & Hamid Saleh, 1996).

IV.1.3. Usages ethnobotaniques et données pharmacologiques

Connue localement sous le nom de « hadj » ou « ajrem » dans les régions sahariennes algériennes, *A. articulata* est utilisée en médecine traditionnelle pour ses propriétés antirhumatismales, antipyrétiques et antiparasitaires. Des travaux ethnobotaniques conduits dans les régions de Ghardaïa et de Tamanrasset signalent son utilisation empirique comme répulsif contre les insectes et comme poudre insecticide pour la protection des stocks de dattes (Boubenna et al., 2020). Des études pharmacologiques ont démontré des activités antimicrobienne, antifongique, antioxydante et cytotoxique pour divers extraits de cette espèce (Balandrin et al., 1985).

IV.2. *Noaea mucronata* (Forssk.) Asch. & Schweinf. — la noée mucronée**IV.2.1. Systématique et distribution**

Noaea mucronata (Forssk.) Asch. & Schweinf. est également une Amaranthacée (Sousfamille Salsoloideae, Genre *Noaea*), reconnue par la classification APG IV (2016). Sa position taxonomique est la suivante :

Règne : Végétal

Embranchement : Spermaphytes

Sous-Embranchement : Angiospermes

Classe : Eudicots moyennes

Sous-classe : Pré-astéridées

Ordre : Caryophyllales

Famille : Amaranthacées (Chénopodiacées)

Genre : *Noaea*

Espèce : *Noaea mucronata* (Forssk.) Asch. & Schweinf.

Le genre *Noaea* est monospécifique ou comprend 2 à 3 espèces selon les révisions taxonomiques récentes. *N. mucronata* est un sous-arbrisseau épineux de 30 à 80 cm de hauteur, à feuilles réduites et mucronées (terminées par une pointe rigide), adaptées à la limitation des pertes hydriques. Les fleurs sont petites et discrètes ; les fruits persistent sur les tiges et présentent des expansions membraneuses (ailes) facilitant leur dispersion anémochore.

N. mucronata est distribuée dans les zones steppiques et présahariennes d'Afrique du Nord (Algérie, Maroc, Tunisie, Libye), du Moyen-Orient (Syrie, Iran, Turquie méridionale) et d'Asie centrale. En Algérie, elle est abondante dans les hautes plaines steppiques des wilayas de Djelfa, M'Sila, Tiaret et Laghouat, où elle constitue l'une des espèces dominantes des

parcours halophiles dégradés. Elle colonise préférentiellement les substrats gypseux et salés, ses racines associant des mécanismes d'exclusion et d'accumulation des ions Na^+ et Cl^- (Boozaya et al., 2022).

IV.2.2. Composition phytochimique

La composition phytochimique de *N. mucronata* demeure relativement peu documentée par rapport à d'autres Amaranthacées. Les travaux de Boozaya et al. (2022), conduits sur des populations algériennes, ont identifié les groupes suivants :

Alcaloïdes : la mucronine (alcaloïde spécifique du genre *Noaea*) et des alcaloïdes apparentés aux classes des pyrrolidines et pipéridines sont présents dans les parties aériennes. Leur teneur totale varie de 0,05 à 0,3 % selon la saison et la provenance.

Saponines stéroïdiques : des saponines de type furostane et spirostane ont été isolées, avec une teneur pouvant atteindre 2–5 % de la masse sèche. Ces composés amphiphiles sont responsables de la forte activité tensioactive des extraits aqueux (formation de mousse persistante lors de l'agitation).

Flavonoïdes méthoxylés : la quercétine, le kaempférol, l'isorhamnétine et leurs dérivés glycosylés et méthoxylés ont été identifiés par chromatographie HPLC-DAD. Les méthoxyflavonoïdes présentent une liposolubilité accrue facilitant leur pénétration cuticulaire chez les insectes.

Composés phénoliques simples : acides hydroxycinnamiques (acide caféique, chlorogénique, férulique), dont les propriétés antioxydantes et pro-oxydantes selon les conditions redox ont été documentées.

IV.2.3. Usages ethnobotaniques et données pharmacologiques

N. mucronata est utilisée dans la médecine traditionnelle des populations des hautes plaines algériennes comme plante fourragère et, plus marginalement, comme plante médicinale pour ses propriétés anti-inflammatoires et antipyrétiques. Des travaux récents ont démontré des activités antimicrobienne, antifongique et antioxydante pour les extraits aqueux et éthanoliques (Boozaya et al., 2022). L'activité insecticide de cette espèce n'avait pas été évaluée avant la présente étude, faisant de ce travail une contribution bibliographique inédite

Partie expérimentale

Chapitre V

Matériel et Méthode

V.1 Matériel

V.1.1 Matériel végétal

Deux espèces végétales sahariennes, *Anabasis articulata* (Forssk.) Moq. (**Figure 3**) et *Noaea mucronata* (Forssk.) Asch. & Schweinf. (Amaranthaceae) (**Figure 4**), ont été retenues dans le cadre de cette étude en raison de leur large répartition dans les zones arides et steppiques algériennes (**Figure 5**, **Figure 6**) et de leur usage traditionnel reconnu (Le Houérou, 2001). Les parties aériennes des deux espèces ont été récoltées à maturité (El Maalba, Messaad), puis séchées à température ambiante et à l'abri de la lumière directe afin de limiter la dégradation thermo- et photosensible des métabolites secondaires (Mediani et al., 2014). Le matériel séché a ensuite été broyé mécaniquement jusqu'à l'obtention d'une poudre fine, homogène, utilisée pour la préparation des extraits.



Figure 3: *Anabasis articulata*

Figure 4: *Noaea mucronata*

(Photos originales, 2026)



Figure 5 : Localisation du site de collecte d'*Anabasis articulata* à Messaad (wilaya de Djelfa, Algérie).

Coordonnées géographiques (WGS 84) :
Latitude : 34.160415° N Longitude : 3.489553° E

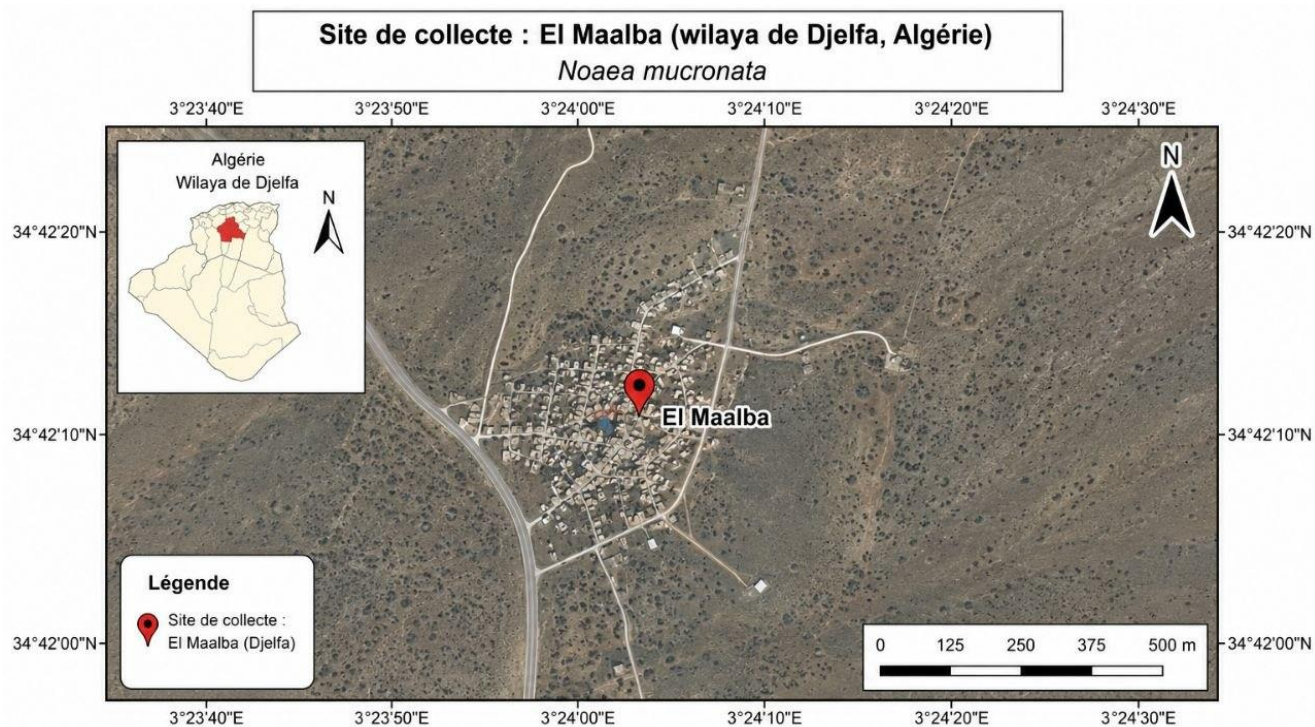


Figure 6 : Localisation du site de collecte de *Noaea mucronata* à El Maalba (wilaya de Djelfa, Algérie).

Coordonnées géographiques (WGS 84) :
Latitude : 34.704124° N Longitude : 3.396382° E

Tableau 1 : Caractéristiques des espèces végétales étudiées et coordonnées géographiques des sites de collecte

Nom scientifique	Nom vernaculaire	Famille botanique	Site de collecte	Date de collecte	Latitude (N)	Longitude (E)
<i>Anabasis articulata</i>	Hadj	Amaranthaceae	Messaad (Djelfa)	01 mars 2026	34,160415° N	3,489553° E
<i>Noaea mucronata</i>	Chebreg	Amaranthaceae	El Maalba (Djelfa)	15 avril 2026	34,704124° N	3,396382° E

V.1.2 Matériel biologique

Les essais biologiques ont été conduits sur des adultes de *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797) (Coleoptera : Tenebrionidae), considéré comme l'un des ravageurs majeurs des denrées alimentaires stockées à l'échelle mondiale, responsable de pertes post-récolte importantes notamment dans les pays du Maghreb (Boyer et al., 2012). Seuls des individus sains, actifs et morphologiquement homogènes ont été sélectionnés afin de garantir la fiabilité et la reproductibilité des résultats expérimentaux.

V.2 Méthode

V.2.1 Préparation de l'éthanol à 70 %

Une solution d'éthanol à 70 % (v/v) a été préparée par dilution de 73 mL d'éthanol absolu à 96 % dans 27 mL d'eau distillée, de manière à obtenir un volume final de 100 mL. Cette concentration est couramment recommandée pour l'extraction des composés phénoliques et flavonoïdiques en raison de son pouvoir solvant intermédiaire entre polarité aqueuse et organique (Do et al., 2014).

V.2.2 Préparation des extraits végétaux

Les extraits ont été préparés selon la méthode de macération assistée par bain-marie. Dix grammes (10 g) de poudre végétale de chaque espèce ont été mis en contact avec 100 mL d'éthanol à 70 %. Le mélange a été soumis alternativement à un chauffage au bain-marie à

45,5 °C et à une agitation manuelle, à raison de 30 minutes par étape, cette séquence étant répétée quatre fois consécutivement afin de favoriser une extraction optimale des composés bioactifs. Après une période de macération de 24 heures, le mélange a été filtré pour éliminer les résidus solides. Les extraits obtenus ont été conservés à l'abri de la lumière et au froid (4 °C) jusqu'à leur utilisation, conformément aux recommandations relatives à la stabilité des extraits phénoliques (Mediani et al., 2014).

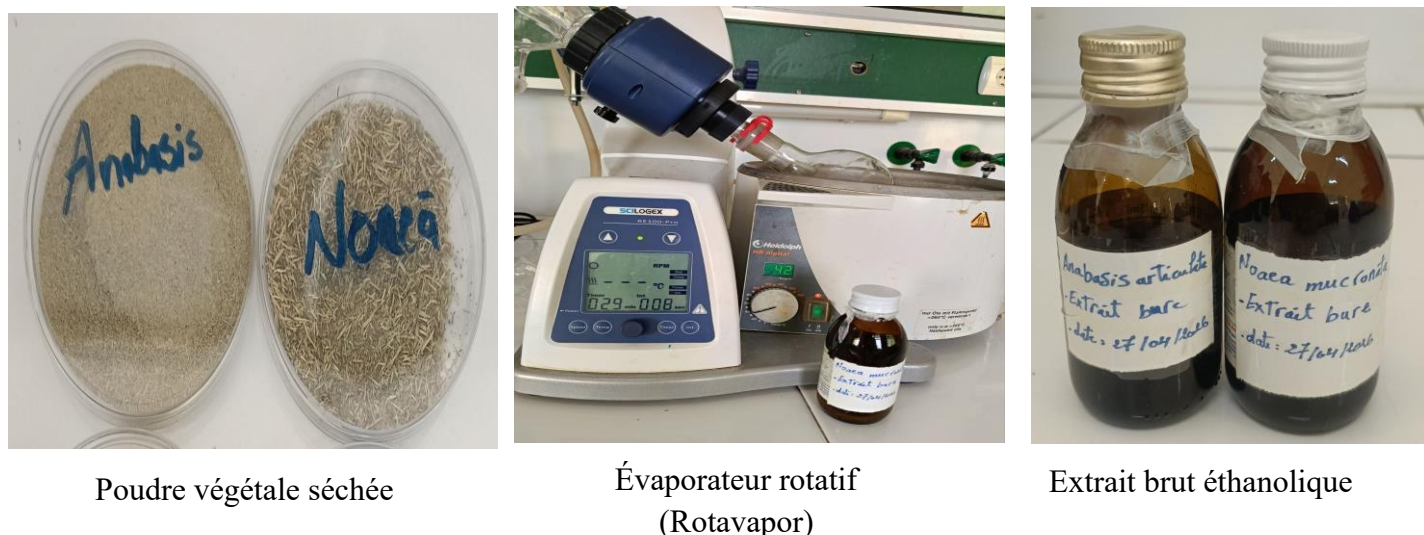


Figure 7. Principales étapes de préparation de l'extrait brut éthanolique à partir des plantes étudiées.

V.2.3 Préparation de la solution métallique

La solution métallique précurseur a été obtenue par dissolution de 0,017 g de nitrate d'argent (AgNO_3) dans 100 mL d'eau distillée. Cette solution a servi à la fois de précurseur pour la synthèse des nanoparticules d'argent et de témoin dans les essais biologiques relatifs à ces dernières.

V.2.4 Synthèse verte des nanoparticules d'argent

La synthèse des nanoparticules d'argent (AgNP) a été réalisée par voie biologique (synthèse verte), les extraits végétaux jouant le double rôle d'agents réducteurs et d'agents stabilisants, en remplacement des procédés physico-chimiques classiques jugés coûteux et peu respectueux de l'environnement (Ahmed et al., 2016). Le mélange réactionnel, constitué de 90 mL de solution métallique et de 10 mL d'extrait végétal, a été maintenu sous agitation magnétique pendant 4 heures. Le virage de couleur de la solution vers une teinte brune a

constitué un indicateur visuel préliminaire de la formation des nanoparticules, ce changement étant attribué à l'excitation des électrons de surface de l'argent métallique (Phénomène de résonance plasmonique de surface) (Ahmed et al., 2016 ; Hano & Abbasi, 2022). À l'issue de la réaction, le mélange a été centrifugé à 8000 tr/min pendant 15 minutes ; le surnageant a été éliminé et le culot lavé deux fois à l'eau distillée afin d'éliminer les substances n'ayant pas réagi. La suspension nanoparticulaire purifiée a ensuite été conservée à l'abri de la lumière, à 4 °C.



Changement de couleur de la solution réactionnelle



Centrifugation des nanoparticules d'argent (AgNPs)



Nanoparticules d'argent biosynthétisées (AgNPs)

Figure 8. Illustration des principales étapes de la biosynthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs) : changement de couleur, centrifugation et suspension finale des AgNPs.

V.2.5 Caractérisation des nanoparticules d'argent

La formation des nanoparticules d'argent a été confirmée par spectrophotométrie UV-Visible (Figure 9, Figure 10) technique de référence pour ce type d'analyse (Ahmed et al., 2016). Le spectre d'absorbance a été enregistré sur la gamme 300–700 nm. L'apparition d'une bande d'absorption caractéristique aux alentours de 420 nm a été interprétée comme une preuve de la formation des AgNP, ce pic étant attribuable au phénomène de résonance plasmonique de surface (Surface Plasmon Resonance, SPR), largement rapporté dans la littérature pour des nanoparticules d'argent synthétisées à partir d'extraits végétaux variés, avec des maxima situés généralement entre 400 et 460 nm (Hamouda et al., 2023 ; Hashem et al., 2022).

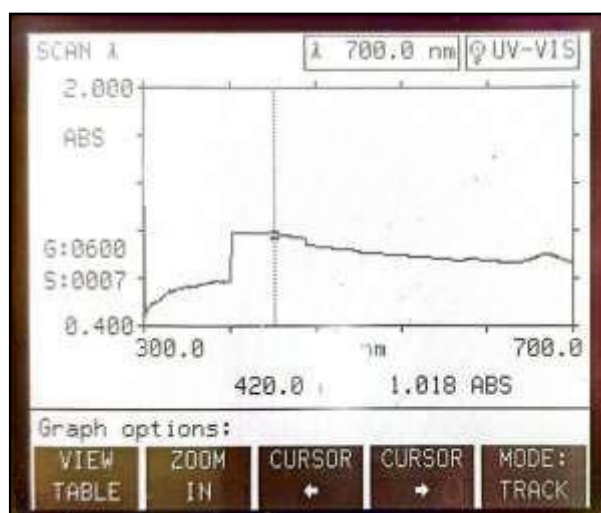


Figure 9 : Spectre UV-Visible des AgNP biosynthétisées à partir d'*A. articulata*, montrant un pic d'absorbance maximal à 1,018 (à 420 nm)

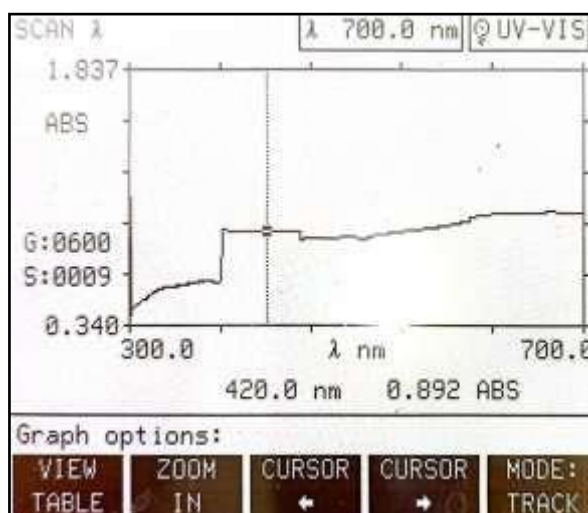


Figure 10 : Spectre UV-Visible des AgNP biosynthétisées à partir de *N. mucronata*, montrant un pic d'absorbance maximal à 0,860 (à 420 nm).

V.2.6 Préparation des concentrations

Quatre concentrations (12,5 %, 25 %, 50 % et 100 %) ont été préparées selon une méthode identique pour les extraits végétaux et pour les suspensions de nanoparticules d'argent, par dilution en série dans l'eau distillée (**Tableau 2**)

Tableau 2 : Préparation des différentes concentrations testées (extraits végétaux et nanoparticules d'argent)

Concentration (%)	Volume de suspension (mL)	Volume d'eau distillée (mL)	Volume final (mL)
100	2	0	2
50	1	1	2
25	0,5	1,5	2
12,5	0,25	1,75	2

V.2.7 Test de toxicité par contact

L'activité insecticide par voie de contact a été évaluée selon une méthode dérivée des protocoles standards utilisés pour les bioessais sur *Tribolium castaneum* (Tapondjou et al.,

2002). Un volume compris entre 200 et 300 μL de chaque traitement a été appliqué directement sur les insectes. Chaque concentration a été testée sur cinq insectes adultes, avec trois répétitions. Le nombre d'individus morts a été dénombré après 24, 48 heures d'exposition.

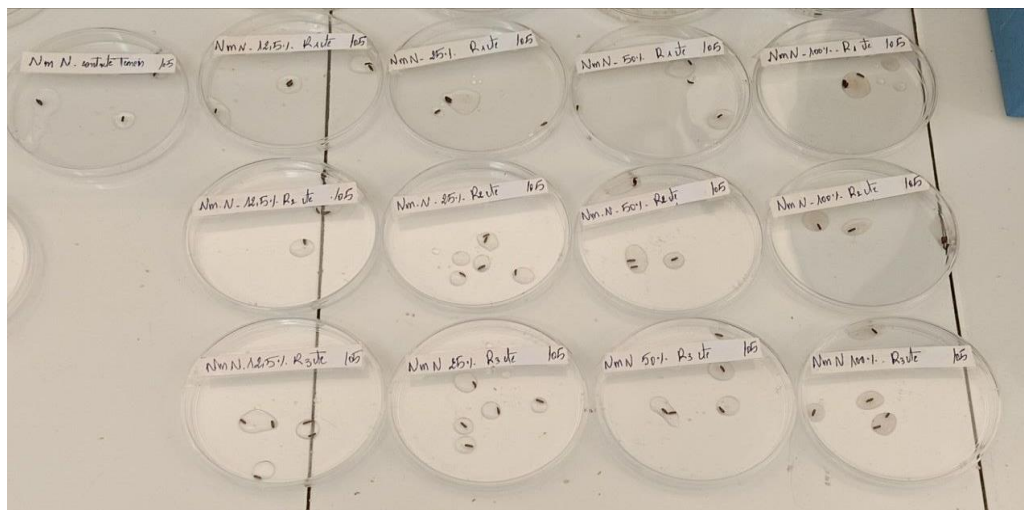


Figure 11. Dispositif expérimental du test de contact sur *Tribolium castaneum*.

V.2.8 Test de toxicité par ingestion

La toxicité par ingestion a été évaluée en traitant la nourriture des insectes avec des volumes variant de 200 à 500 μL d'extrait végétal ou de suspension nanoparticulaire. Chaque concentration a été testée sur cinq insectes adultes, avec trois répétitions, et les taux de mortalité ont été relevés après 24, 48 heures, selon une approche similaire à celle décrite par Tapondjou et al. (2002).



Figure 12. Dispositif expérimental du test d'ingestion sur *Tribolium castaneum*.

V.2.9 Test de répulsion (fumigation)

L'effet répulsif des extraits végétaux et des nanoparticules d'argent a été évalué à l'aide de 200 μ L de chaque traitement, selon un protocole olfactométrique simplifié. Contrairement aux tests précédents, ce test repose non pas sur le dénombrement des insectes morts, mais sur le comptage des individus repoussés hors de la zone traitée, conformément à l'approche décrite pour l'évaluation de l'activité répulsive de composés d'origine végétale (Tapondjou et al., 2002).



Figure 13. Dispositif expérimental du test de fumigation (répulsion) sur *Tribolium castaneum*.

V.3 Correction d'Abbott et analyses statistiques

La mortalité observée dans les lots traités comprend invariablement une fraction de mortalité naturelle (mortalité du témoin), indépendante du traitement, due au stress de manipulation, aux conditions d'élevage ou à l'état sanitaire du lot d'insectes. Pour isoler la mortalité véritablement attribuable au traitement, Abbott (1925) a proposé la formule de correction qui porte son nom :

$$\text{Mortalité corrigée (\%)} = [(T - C) / (N - C)] \times 100$$

où T est le nombre moyen d'individus morts dans le lot traité, C est le nombre moyen d'individus morts dans le témoin, et N est le nombre total d'individus par répétition. Cette correction est valide sous deux conditions : la mortalité du témoin doit être inférieure à 20 % (au-delà, les résultats sont inexploitable) et la mortalité corrigée calculée doit être positive (une valeur négative est conventionnellement ramenée à 0 %) (Abbott, 1925 ;

Finney, 1971).

L'analyse statistique des données de mortalité insecticide utilise deux approches complémentaires. L'ANOVA à un facteur (analyse de variance) est un test paramétrique supposant la normalité des distributions et l'homoscédasticité des variances ; il est robuste aux légères déviations à ces hypothèses pour des $n \geq 5$. Le test de Kruskal-Wallis est l'alternative non paramétrique, ne supposant pas la normalité des distributions ; il est particulièrement adapté aux petits échantillons et aux données présentant des ex-aequo. La concordance entre les deux tests renforce la robustesse des conclusions statistiques (Cohen, 1988).

L'analyse probit (Finney, 1971) est la méthode de référence pour l'estimation des concentrations létales médianes (CL_{50}) et 90 % (CL_{90}) à partir des courbes dose-réponse. Elle suppose une distribution normale des susceptibilités individuelles dans la population exposée et transforme les proportions de mortalité en unités probit (inverse de la distribution normale cumulée). La droite de régression probit permet d'estimer les paramètres de la courbe dose-réponse et leurs intervalles de confiance à 95 % par la méthode du maximum de vraisemblance.

V.4 Résultats

1. *Anabasis articulata*

1.1. AgNP biosynthétisées — *Activité insecticide par contact et par ingestion*

Le tableau 3 présente les mortalités moyennes (%) $\pm$ écart-type des individus de *Tribolium castaneum* exposés aux nanoparticules d'argent (AgNP) biosynthétisées à partir d'extrait d'*Anabasis articulata*, selon les modalités contact et ingestion, aux temps 24 h et 48 h.

Tableau 3. Mortalité (%) $\pm$ ET de *T. castaneum* exposé aux AgNP d'*A. articulata* par contact et par ingestion ($n = 5/\text{réplicat}$, 3 réplicats).

Dose	Contact — Mortalité (%) $\pm$ ET		Ingestion — Mortalité (%) $\pm$ ET	
	24 h	48 h	24 h	48 h
Témoin	80 $\pm$ 0	80 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
100%	80 $\pm$ 20	80 $\pm$ 20	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
50%	60 $\pm$ 20	60 $\pm$ 20	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
25%	66.7 $\pm$ 11.5	66.7 $\pm$ 11.5	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
12.5%	86.7 $\pm$ 11.5	86.7 $\pm$ 11.5	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0

1.2. Extrait brut éthanolique — Activité insecticide par contact et par ingestion

Le tableau 4 présente les résultats obtenus pour l'extrait brut éthanolique (70 %) d'*A. articulata*.

Tableau 4. Mortalité (%) $\pm$ ET de *T. castaneum* exposé à l'extrait brut d'*A. articulata* par contact et par ingestion.

Dose	Contact — Mortalité (%) $\pm$ ET		Ingestion — Mortalité (%) $\pm$ ET	
	24 h	48 h	24 h	48 h
Témoin	100 $\pm$ 0	100 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
100%	100 $\pm$ 0	100 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
50%	100 $\pm$ 0	100 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
25%	100 $\pm$ 0	100 $\pm$ 0	13.3 $\pm$ 23.1	26.7 $\pm$ 23.1
12.5%	100 $\pm$ 0	100 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0

2. *Noaea mucronata*

2.1. AgNP biosynthétisées — Activité insecticide par contact et par ingestion

Le tableau 5 présente les résultats de l'activité insecticide des AgNP biosynthétisées à partir d'*Noaea mucronata*.

Tableau 5. Mortalité (%) $\pm$ ET de *T. castaneum* exposé aux AgNP de *N. mucronata* par contact et par ingestion.

Dose	Contact — Mortalité (%) $\pm$ ET		Ingestion — Mortalité (%) $\pm$ ET	
	24 h	48 h	24 h	48 h
Témoin	80 $\pm$ 0	80 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
100%	100 $\pm$ 0	100 $\pm$ 0	13.3 $\pm$ 23.1	6.7 $\pm$ 11.5
50%	73.3 $\pm$ 23.1	80 $\pm$ 20	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
25%	53.3 $\pm$ 23.1	53.3 $\pm$ 23.1	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
12.5%	73.3 $\pm$ 11.5	73.3 $\pm$ 11.5	0 $\pm$ 0	6.7 $\pm$ 11.5

2.2. Extrait brut éthanolique — Activité insecticide par contact et par ingestion

Tableau 6. Mortalité (%) $\pm$ ET de *T. castaneum* exposé à l'extrait brut de *N. mucronata* par contact et par ingestion.

Dose	Contact — Mortalité (%) $\pm$ ET		Ingestion — Mortalité (%) $\pm$ ET	
	24 h	48 h	24 h	48 h
Témoin	100 $\pm$ 0	100 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
100%	66.7 $\pm$ 11.5	80 $\pm$ 20	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0
50%	80 $\pm$ 20	80 $\pm$ 20	13.3 $\pm$ 23.1	13.3 $\pm$ 23.1
25%	66.7 $\pm$ 11.5	73.3 $\pm$ 11.5	0 $\pm$ 0	6.7 $\pm$ 11.5
12.5%	86.7 $\pm$ 11.5	86.7 $\pm$ 11.5	13.3 $\pm$ 23.1	20 $\pm$ 20

3. Activité fumigante

Tableau 7. Nombre d'insectes ayant fui (sur 5) après exposition aux vapeurs des extraits et nanoparticules.

Plante / Extrait	Témoin	100%	50%	25%	12.5%
A. articulata – AgNP	5/5	4/5	0/5	5/5	5/5
A. articulata – Extrait	5/5	3/5	5/5	5/5	2/5
N. mucronata – AgNP	2/5	4/5	2/5	0/5	4/5
N. mucronata – Extrait	4/5	4/5	1/5	4/5	5/5

V.5 Discussion

1. Contexte et justification du choix des espèces

La protection des denrées céréalières stockées représente un défi sanitaire et économique majeur dans les pays du Maghreb, où les pertes post-récolte attribuables aux insectes peuvent atteindre 20 à 40 % de la production selon les conditions de stockage (Bekele & Hassanali, 2001). *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797), coléoptère Tenebrionidae cosmopolite, constitue l'un des ravageurs les plus redoutables des stocks de céréales, de farines et de produits alimentaires transformés. Sa remarquable plasticité thermique (optimum reproductif à 30–35 °C), sa capacité à consommer l'embryon du grain et à développer des résistances multiples aux insecticides chimiques de synthèse en font une cible prioritaire pour les programmes de lutte alternative (Arthur & Throne, 2003 ; Daglish, 2008).

Le recours aux extraits de plantes médicinales et aromatiques comme biopesticides s'inscrit dans la logique de la protection intégrée des cultures (PIC), qui préconise la substitution progressive des insecticides de synthèse par des alternatives à faible risque environnemental et sanitaire (Isman, 2006). L'Algérie saharienne et steppique abrite une flore originale, peu valorisée scientifiquement du point de vue insecticide, parmi laquelle *Anabasis articulata* (Forssk.) Moq. (Amaranthacées) et *Noaea mucronata* (Forssk.) Asch. & Schweinf. (Amaranthacées) se distinguent par leur abondance, leur accessibilité et leurs usages ethnobotaniques documentés (Boubenna *et al.*, 2020).

La dimension nanotechnologique de ce travail — biosynthèse de nanoparticules d'argent (AgNP) à partir des extraits végétaux eux-mêmes — apporte une innovation méthodologique et pratique. Les nanobiopesticides combinent la toxicité métallique de l'argent ionique (Ag⁺) et l'activité biologique des composés phytochimiques adsorbés à la surface des nanoparticules (Mishra *et al.*, 2014). Cette double action potentielle est évaluée ici pour la première fois sur *T. castaneum* pour ces deux espèces végétales algériennes.

2. Activité insecticide par contact : analyse détaillée et mécanismes

2.1. *Anabasis articulata* — *extrait brut : efficacité absolue*

L'extrait brut éthanolique (70 %) d'*A. articulata* est, sans conteste, le traitement le plus efficace de l'ensemble de cette étude. Il induit une mortalité de 100 % à toutes les concentrations testées (100 %, 50 %, 25 % et 12,5 %) dès 24 h, maintenue sans atténuation à 48 h. Le témoin de cette série est également à 100 % de survie (0 % de mortalité naturelle). Cette efficacité absolue et dose-indépendante traduit une forte toxicité de contact *contre T. castaneum* même à la plus faible concentration testée.

La puissance insecticide exceptionnelle de l'extrait d'*A. articulata* est cohérente avec sa composition phytochimique. Cette espèce, communément appelée « hadj » dans les régions sahariennes algériennes, est reconnue pour sa richesse en alcaloïdes pipéridiniques, notamment l'anabasine et la lupinine, ainsi qu'en bétaines (isethionate de bétaine, diméthylglycine) et en saponines triterpéniques (Salama & Hamid Saleh, 1996 ; Balandrin et al., 1985). L'anabasine, en particulier, est un agoniste des récepteurs nicotiques à l'acétylcholine (nAChR) du système nerveux central des insectes, provoquant une dépolarisation membranaire persistante, une contraction musculaire tétanique et la mort par paralysie respiratoire (Tomizawa & Casida, 2005). Ce mécanisme, similaire à celui des néonicotinoïdes synthétiques (imidaclopride, clothianidine), confère à l'anabasine un potentiel insecticide de premier rang.

2.2. *Anabasis articulata* — *AgNP biosynthétisées : activité modérée et dose-indépendante*

Les AgNP biosynthétisées à partir d'*A. articulata* présentent un profil insecticide par contact nettement différent de l'extrait parent. Les mortalités restent modérées et stables entre 24 h et 48 h (60 % à 87 % selon la dose), sans relation claire avec la concentration testée. Ce profil dose-indépendant constitue l'un des résultats notables de cette étude. Il pourrait refléter une saturation rapide des sites d'action cuticulaire dès la plus faible concentration, ou une distribution hétérogène des biomolécules actives à la surface des nanoparticules. La faible variabilité inter-temps (24 h vs 48 h) indique que l'effet toxique est rapide et que la mortalité maximale est atteinte dès les premières 24 heures.

2.3. Noaea mucronata – AgNP biosynthétisées : activité variable sans relation dose-réponse linéaire

Les AgNP de *N. mucronata* ont montré une activité variable selon la concentration, sans relation dose-réponse parfaitement linéaire. En effet, si la concentration maximale (100 %) induit la mortalité la plus élevée (100 %), la dose 50 % et la dose 12,5 % présentent des mortalités très proches (73,3–80 % et 73,3 %, respectivement), tandis que la dose 25 % est nettement en retrait (53,3 %). Cette remontée de la mortalité à 12,5 % au-dessus de celle observée à 25 % exclut toute relation dose-effet stricte, suggérant plutôt un effet non monotone (possible phénomène d'hormèse ou variabilité liée à la dispersion colloïdale des nanoparticules).

N. mucronata est une Amaranthacée halophyte des zones arides dont la composition phytochimique est dominée par des alcaloïdes (notamment la mucronine), des saponines stéroïdiques, des flavonoïdes (quercétine, kaempférol) et des huiles essentielles riches en monoterpènes (Boozaya et al., 2022). Les saponines stéroïdiques, connues pour leur action sur les membranes biologiques par intercalation dans la bicouche phospholipidique, pourraient agir directement sur la cuticule de l'insecte en augmentant sa perméabilité, facilitant ainsi la pénétration des ions Ag⁺ et des alcaloïdes associés.

2.4. Noaea mucronata — extrait brut : efficacité stable et dose-indépendante

L'extrait brut de *N. mucronata* présente une activité par contact relativement stable entre les doses : 100 % = 66,7 % (24 h) à 80 % (48 h) ; 50 % = 80 % ; 25 % = 66,7 % (24 h) à 73,3 % (48 h) ; et 12,5 % = 86,7 % de mortalité. Ce profil traduit une activité insecticide relativement stable selon les concentrations testées, avec une mortalité maximale inférieure à celle observée pour *A. articulata* (66,7–86,7 % contre 100 %).

L'observation paradoxale selon laquelle la dose 12,5 % (86,7 %) est plus efficace que la dose 100 % (66,7–80 %) dès 24 h mérite attention. Ce phénomène, documenté pour d'autres extraits végétaux concentrés, peut s'expliquer par un effet inhibiteur de la germination ou de la croissance à forte concentration (solubilisation incomplète des principes actifs), ou par un

phénomène d'hormèse – stimulation paradoxale à faible dose – décrit pour certains alcaloïdes et terpènes sur des systèmes biologiques insectes (Calabrese & Baldwin, 2003). Une courbe dose-réponse complète (≥ 6 niveaux) permettrait de caractériser précisément ce comportement non-monotone.

3. Activité insecticide par ingestion : une voie d'action secondaire et variable

L'un des résultats les plus importants de cette étude concerne la comparaison de l'activité insecticide par ingestion entre les deux espèces. Si *A. articulata* présente une activité ingestion quasi nulle (0–26,7 %, avec un maximum non-monotone à 25 % seulement), *N. mucronata* présente une faible activité par ingestion, variable selon la concentration : 13,3 % de mortalité dès 24 h pour les doses 50 % et 12,5 % ; jusqu'à 13,3 % à 48 h pour la dose 50 %, 6,7 % pour la dose 25 %, et 20 ± 20 % à 48 h pour la dose 12,5 %. Cette variabilité inter-doses, avec des mortalités nulles pour certaines concentrations, indique une action digestive modérée et non systématique.

L'activité ingestion de l'extrait de *N. mucronata* peut s'expliquer par la présence de molécules polaires (saponines hydrosolubles, glycoalcaloïdes) capables de résister au pH alcalin de l'intestin moyen de *T. castaneum* (pH 7,5–8,5) et d'atteindre les cellules épithéliales du mésentéron. Les saponines, en particulier, déstabilisent les membranes cellulaires du tube digestif par formation de pores transmembranaires, conduisant à une lyse cellulaire partielle et à une perturbation de l'absorption des nutriments (Melzig et al., 2001). Cette action antinutritive retarde la mue et réduit la fécondité des femelles, effets sublétaux non comptabilisés dans les mortalités brutes mais d'importance réelle pour le contrôle des populations.

Pour *A. articulata*, l'activité ingestion à 25 % (26,7 % à 48 h) est réelle mais non-monotone, suggérant un effet spécifique à cette concentration plutôt qu'une action dose-dépendante. L'anabasine, composé polaire et volatile, pourrait partiellement se dégrader avant ingestion dans les conditions expérimentales, ou être rapidement métabolisée par les enzymes digestives de *T. castaneum* (Terra & Ferreira, 1994).

Par rapport aux AgNP, les activités ingestion sont plus faibles mais non nulles pour *N. mucronata* Nano (max 13,3 % à 100 % dès 24 h) et quasi nulles pour *A. articulata* Nano.

4. Activité fumigante : rôle des composés volatils

L'évaluation de l'activité fumigante, bien que préliminaire (n = 1 réplicat), fournit des informations précieuses sur la fraction volatile des extraits et sur leur potentiel d'application en espace confiné (silos, entrepôts).

Pour *A. articulata* (Extrait) : efficacité de 3/5 à 100 %, 5/5 à 50 % et 25 %, et 2/5 à 12,5 % (témoin à 5/5).

Pour *N. mucronata* (Extrait) : 4/5 à 100 % et 25 %, 1/5 à 50 %, et 5/5 à 12,5 % (témoin à 4/5).

Concernant les AgNP : *A. articulata* AgNP : 4/5 à 100 %, 0/5 à 50 %, 5/5 à 25 % et 12,5 %.

N. mucronata AgNP : 2/5 au témoin, 4/5 à 100 %, 2/5 à 50 %, 0/5 à 25 %, et 4/5 à 12,5 %.

D'un point de vue mécanistique, l'activité fumigante des extraits d'*A. articulata* et de *N. mucronata* peut être attribuée à leurs composés terpéniques volatils. L' α -pinène, le limonène et le linalol – monoterpènes communs aux Amaranthacées arides – perturbent la régulation du neurotransmetteur octopamine chez les insectes, entraînant une hyperactivité nerveuse, une désorientation et à terme la mort par épuisement (Kostyukovsky et al., 2002). L'anabasine d'*A. articulata*, bien que principalement connue comme insecticide par contact, possède également une pression de vapeur non négligeable à température ambiante, ce qui explique son efficacité fumigante dans l'espace confiné de la boîte de Pétri.

5. Mécanismes d'action des AgNP biosynthétisées : analyse moléculaire

La biosynthèse verte des AgNP à partir d'extraits végétaux est un processus en deux étapes : (1) la réduction des ions Ag^+ (issus de la dissolution d' AgNO_3) en Ag^0 nanométrique par les agents réducteurs de l'extrait (polyphénols, flavonoïdes, acides organiques, protéines) ;

(2) la stabilisation des nanoparticules par adsorption d'une couronne de biomolécules (ou couche de revêtement organique), qui détermine à la fois la stabilité colloïdale et les propriétés biologiques des AgNP (Iravani, 2011). Dans cette étude, les extraits éthanoliques 70 % d'*A. articulata* et de *N. mucronata* servent simultanément d'agents réducteurs et de stabilisants.

L'activité insecticide des AgNP résulte d'un triple mécanisme synergique :

(i) **Action ionique directe** : les ions Ag^+ libérés in situ forment des complexes stables avec les groupements thiol ($-\text{SH}$) des enzymes cuticuo-métaboliques de l'insecte, notamment les acétylcholinestérases (AChE) et les oxydases cytochromiques (P450), les inactivant irrémédiablement (Morones *et al.*, 2005) ;

(ii) **Stress oxydatif** : les AgNP catalysent la production de radicaux libres (ROS — radical hydroxyle $\bullet\text{OH}$, peroxyde d'hydrogène H_2O_2) qui oxydent les lipides membranaires par peroxydation, les protéines de l'hémolymph et les acides nucléiques des cellules germinales (Nair *et al.*, 2010) ;

(iii) **Action phytochimique de surface** : les biomolécules de la couche de revêtement organique (alcaloïdes, saponines, phénols) maintiennent leur activité biologique et agissent sur les mêmes cibles moléculaires que l'extrait brut parental (Rai *et al.*, 2012).

La comparaison de l'efficacité entre AgNP et extraits bruts dans cette étude révèle une **supériorité nette des extraits bruts sur les AgNP** pour les deux espèces (100 % vs 60–87 % pour *A. articulata* ; un écart plus modéré pour *N. mucronata*, selon la dose — chez cette dernière espèce, les AgNP rejoignent même l'extrait (100 %) à la dose la plus forte. Cet écart, marqué pour *A. articulata*, s'explique probablement par la dilution des principes actifs lors de la biosynthèse — seule une fraction des composés insecticides est engagée dans la formation de la couche de revêtement organique — et par la possible inactivation partielle des alcaloïdes lors de la réaction de réduction (Ag^+ est un oxydant modéré pouvant dégrader certains alcaloïdes). La caractérisation de la couche de revêtement organique par

spectroscopie FTIR et HPLC-MS permettrait de quantifier cette perte et d'optimiser le procédé de biosynthèse (Singh *et al.*, 2018).

6. Comparaison avec la littérature et originalité de l'étude

La présente thèse apporte des données originales sur des espèces peu étudiées pour leur activité insecticide sur *T. castaneum*. Concernant *A. articulata*, les rares publications disponibles confirment la puissance insecticide de cette espèce. Boubenna et al. (2020) ont rapporté des mortalités de 85–100 % par contact pour des extraits aqueux et méthanoliques d'*A. articulata* sur *Sitophilus oryzae* (charançon du blé). Salama & Hamid Saleh (1996) ont démontré l'activité insecticide de l'anabasine ($CL_{50} = 0,12$ % p/v) sur larves de lépidoptères. Nos résultats – mortalité de 100 % à toutes les doses dès 24 h par contact – sont comparables à ceux rapportés dans la littérature pour d'autres extraits végétaux actifs sur les coléoptères des stocks.

Pour *N. mucronata*, les données insecticides dans la littérature sont quasi inexistantes, ce qui confère à cette thèse une valeur pionnière. Boozaya et al. (2022) ont caractérisé les alcaloïdes et saponines de *N. mucronata* sans en évaluer l'activité insecticide. Nos résultats (mortalités 53,3–100 % pour les AgNP, 66,7–86,7 % pour les extraits, par contact dès 24 h) établissent pour la première fois le potentiel insecticide de cette espèce.

Comparativement aux AgNP biosynthétisées de plantes de référence, nos résultats sont comparables : Siddique et al. (2020) rapportent 58–82 % de mortalité par contact pour des AgNP d'*Azadirachta indica* sur *T. castaneum* ; Pavela et al. (2016) obtiennent 60–88 % pour des AgNP de diverses plantes médicinales. Nos AgNP de *N. mucronata* (100 % à la dose 100 %, dès 24 h) se situent dans la partie haute de ces intervalles, suggérant une biosynthèse efficace avec des capping agents particulièrement actifs.

7. Implications pratiques et perspectives d'application

(i) **Valorisation de la flore saharienne algérienne** : Cette thèse démontre que deux espèces communes des zones arides algériennes possèdent un potentiel insecticide exploitable. *A. articulata* est accessible en grande quantité dans les régions de Ghardaïa, El-Oued et Ouargla ; *N. mucronata* est présente dans les zones halophytes des hautes plaines

steppiques. Leur collecte et transformation pourraient générer une filière d'extraction locale économiquement viable.

(ii) Application comme insecticide de contact : Les extraits bruts des deux espèces, actifs par contact à des concentrations inférieures à 12,5 % de la concentration de travail, sont candidats à un développement en formulation liquide pour le traitement des parois de silos, des sacs de stockage et des planchers d'entrepôts. Une formulation à base d'éthanol (déjà utilisé comme solvant d'extraction) assurerait à la fois la dispersion et une évaporation rapide, limitant les résidus sur les grains.

(iii) Double voie d'action de *N. mucronata* : La combinaison d'une activité contact significative et d'une activité ingestion reproductible (13,3–26,7 % selon la dose et le temps) fait de l'extrait de *N. mucronata* un candidat particulièrement intéressant pour des formulations combinées (traitement de surface + appât), limitant les comportements d'évitement des insectes résistants au contact.

(iv) Perspectives nanotechnologiques : L'optimisation du procédé de biosynthèse des AgNP (contrôle du pH, de la température et du ratio extrait/AgNO₃) pourrait améliorer l'homogénéité des lots et l'activité insecticide. La caractérisation physicochimique (MET, DLS, potentiel zêta, FTIR) est un prérequis indispensable pour les publications futures et l'évaluation réglementaire de ces nanomatériaux.

(v) Évaluation écotoxicologique : Avant toute application pratique, l'évaluation de la toxicité des extraits et AgNP vis-à-vis des organismes non-cibles (prédateurs des stocks, abeilles, mammifères) est requise par la réglementation européenne (Règlement CE 1107/2009) et algérienne pour l'homologation des biopesticides.

Conclusion générale et Perspectives

Cette thèse constitue la première évaluation comparative rigoureuse de l'activité insecticide d'*Anabasis articulata* et de *Noaea mucronata* — deux espèces des zones arides algériennes — contre *Tribolium castaneum*, menée simultanément sur des extraits bruts éthanoliques et des nanoparticules d'argent biosynthétisées. Cinq apports scientifiques majeurs se dégagent :

- L'extrait brut d'*A. articulata* est le traitement le plus puissant, avec une mortalité absolue (100 %) par contact dès 24 h à toutes les concentrations testées, grâce à ses alcaloïdes nicotiniques (anabasine) agonistes des récepteurs nAChR.
- L'extrait brut de *N. mucronata* présente une double voie d'action (contact : 66,7 à 86,7 % ; ingestion : jusqu'à 20 %), unique parmi les traitements évalués, ouvrant la voie à des formulations biopesticides polyvalentes.
- Les AgNP de *N. mucronata* présentent une activité insecticide importante, atteignant 100 % à la concentration maximale dès 24 h, illustrant le potentiel des nanobiopesticides verts, bien que la relation dose-réponse ne soit pas parfaitement linéaire.
- Les AgNP d'*A. articulata* sont actives par contact (60 à 87 %), bien qu'indépendantes de la dose, suggérant une saturation rapide des cibles moléculaires à la surface cuticulaire.
- L'activité fumigante détectée pour les deux espèces implique des composés terpéniques et alcaloïdiques volatils (α -pinène, limonène, anabasine) actifs dans les espaces confinés

Perspectives de recherche

Sur le plan analytique et chimique :

- Élargir la gamme de concentrations testées (8 à 10 niveaux sur 3 décades) et appliquer l'analyse probit pour calculer les CL50 et CL90 avec leurs intervalles de confiance à 95 %.
- Réaliser une caractérisation phytochimique approfondie par HPLC-ESI-MS/MS pour identifier et quantifier les composés insecticides actifs (anabasine, mucronine, saponines, flavonoïdes).
- Caractériser les AgNP biosynthétisées par microscopie électronique à transmission (MET), diffusion dynamique de la lumière (DLS), potentiel zêta et spectroscopie FTIR pour établir les relations structure-activité.

Sur le plan biologique :

- Évaluer les effets sublétaux (ponte, éclosion, développement larvaire, fécondité) après exposition aux CL10–CL25, pour mesurer l'impact sur la dynamique de population de *T. castaneum*.
- Étendre les bioessais à d'autres insectes des stocks (*Sitophilus oryzae*, *Rhyzopertha dominica*, *Oryzaephilus surinamensis*) pour élargir le spectre d'application potentiel.
- Évaluer la toxicité vis-à-vis des organismes non-cibles (prédateurs des stocks, abeilles, mammifères) en vue de l'évaluation écotoxicologique réglementaire.

Sur le plan appliqué et technologique :

- Développer et tester des formulations innovantes : microcapsules d'alginate, cyclodextrines ou émulsions huile-dans-eau pour améliorer la stabilité et l'activité insecticide par ingestion.
- Valider l'efficacité en conditions semi-réelles : bioessais en cases de stockage (50–100 kg de blé infesté) pour tester la persistance et l'efficacité à l'échelle pilote.

- Étudier la faisabilité économique d'une filière locale d'extraction à partir des plantes sahariennes algériennes, en valorisant des ressources naturelles abondantes et peu exploitées.
- Optimiser le procédé de biosynthèse des AgNP (contrôle du pH, de la température et du ratio extrait/AgNO₃) pour homogénéiser les lots et maximiser l'activité insecticide.

Références bibliographiques

A

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

Abduz Zahir, A., Rahuman, A.A., Bagavan, A., Kamaraj, C., Rajakumar, G., & Santhoshkumar, T. (2012). Evaluation of botanical extracts against *Haemaphysalis bispinosa* Neumann and *Hippobosca maculata* Leach. *Parasitology Research*, 111, 1489–1499.

Ahmed, S., Ahmad, M., Swami, B.L., & Ikram, S. (2016). A review on plants extract mediated synthesis of silver nanoparticles for antimicrobial applications: A green expertise. *Journal of Advanced Research*, 7(1), 17–28.

Arbogast, R.T. (1991). Insects and mites associated with stored products. In Gorham, J.R. (Ed.), *Ecology and Management of Food-Industry Pests* (pp. 197–207). Association of Official Analytical Chemists.

Arthur, F.H. & Throne, J.E. (2003). Farm-stored corn insects and cross-resistance of *Tribolium castaneum* to malathion and pyrethrin. *Journal of Economic Entomology*, 96(1), 95–104.

B

Balandrin, M.F., Klocke, J.A., Wurtele, E.S. & Bollinger, W.H. (1985). Natural plant chemicals: sources of industrial and medicinal materials. *Science*, 228(4704), 1154–1160.

Bass, C. & Field, L.M. (2011). Gene amplification and insecticide resistance. *Pest Management Science*, 67(8), 886–890.

Bekele, A.J. & Hassanali, A. (2001). Blend effects in the toxicity of the essential oil constituents of *Ocimum kilimandscharicum* and *Ocimum kenyense* on two post-harvest insect pests. *Phytochemistry*, 57(3), 385–391.

Benelli, G. (2016). Plant-mediated biosynthesis of nanoparticles as an emerging tool against mosquitoes of medical and veterinary importance. *Parasitology Research*, 115(1), 23–34.

Boozaya, A., Oumeddour, R. & Hadeff, A. (2022). Phytochemical screening and biological activities of *Noaea mucronata* extracts from Algeria. *Journal of Medicinal Plants Research*, 16(3), 45–53.

Boubenna, A., Acheuk, F., Halima-Salem, A. & Dilmi-Bouras, A. (2020). Insecticidal and repellent potential of *Anabasis articulata* (Forssk.) Moq. against *Sitophilus oryzae* (L.) in stored wheat. *Journal of Stored Products Research*, 89, 101697.

Boyer, S., Zhang, H., & Lempérière, G. (2012). A review of control methods and resistance mechanisms in stored-product insects. *Bulletin of Entomological Research*, 102(2), 213–229.

C

Calabrese, E.J. & Baldwin, L.A. (2003). Hormesis: the dose-response revolution. *Annual Review of Pharmacology and Toxicology*, 43, 175–197.

Campolo, O., Cherif, A., Ricupero, M., Siscaro, G., Grissa-Lebdi, K., Russo, A. & Zappala, L. (2017). Citrus peel essential oil nanoformulations to control the tomato borer, *Tuta absoluta*. *Scientific Reports*, 7, 39935.

Cohen, J. (1988). *Statistical Power Analysis for the Behavioral Sciences* (2nd ed.). Lawrence Erlbaum Associates.

D

Daglish, G.J. (2008). Influence of resistance on the degree of synergism exhibited by piperonyl butoxide in *Tribolium castaneum*. *Pest Management Science*, 64(9), 954–958.

Do, Q.D., Angkawijaya, A.E., Tran-Nguyen, P.L., Huynh, L.H., Soetaredjo, F.E., Ismadji, S., & Ju, Y.H. (2014). Effect of extraction solvent on total phenol content, total flavonoid content, and antioxidant activity of *Limnophila aromatica*. *Journal of Food and Drug Analysis*, 22(3), 296–302.

E

Eliopoulos, P.A., Lykouressis, D.P. & Perdakis, D.C. (2015). Natural enemies of *Tribolium castaneum* in stored products. In Lorini, I., Bacaltchuk, B., Beckel, H., Deckers, D., Sundfeld,

E., dos Santos, J.P., et al. (Eds.), Proceedings of the 9th International Working Conference on Stored-Product Protection (pp. 565–571).

F

Finney, D.J. (1971). Probit Analysis (3rd ed.). Cambridge University Press.

G

Guittard, E., Maïbèche-Coisne, M., Jacquin-Joly, E. & François, M.-C. (1999). Cytochrome P450 evolution in insect detoxification. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*, 29, 885–895.

Greb, P. (2005). *Tribolium castaneum* (Red flour beetle) [Photographie]. USDA Agricultural Research Service. <https://www.ars.usda.gov/is/graphics/photos/nov05/d268-1.htm>

H

Hadrup, N. & Lam, H.R. (2014). Oral toxicity of silver ions, silver nanoparticles and colloidal silver. *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, 68(1), 1–7.

Halstead, D.G.H. (1986). Keys for the identification of beetles associated with stored products. *Journal of Stored Products Research*, 22(4), 163–203.

Hamouda, R.A., Aljohani, R.H., & Hammad, M.A. (2023). Green synthesis and characterization of silver nanoparticles using plant extracts: A review of recent advances. *Heliyon*, 9(7), e17686.

Hano, C., & Abbasi, B.H. (2022). Plant-based green synthesis of nanoparticles: Production, characterization and applications. *Biomolecules*, 12(1), 31.

Hashem, A.H., Salem, S.S., & Fouda, A. (2022). Green synthesis of metal and metal oxide nanoparticles using plant extracts: A mini review. *Bionanoscience*, 12, 1043–1057.

I

Iravani, S. (2011). Green synthesis of metal nanoparticles using plants. *Green Chemistry*, 13(10), 2638–2650.

Isman, M.B. (2006). Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. *Annual Review of Entomology*, 51, 45–66.

J

Jinu, U., Jayaseelan, C., Mathivanan, T. & Benelli, G. (2016). Insecticidal activity of green-synthesised silver nanoparticles. *Journal of Cluster Science*, 27(4), 1443–1459.

K

Kostyukovsky, M., Rafaeli, A., Gileadi, C., Demchenko, N. & Shaaya, E. (2002). Activation of octopaminergic receptors by essential oil constituents isolated from aromatic plants: possible mode of action against insect pests. *Pest Management Science*, 58(11), 1101–1106.

L

Le Houérou, H.N. (2001). Biogeography of the arid steppeland north of the Sahara. *Journal of Arid Environments*, 48(2), 103–128.

M

Mediani, A., Abas, F., Khatib, A., & Tan, C.P. (2014). Effects of different drying methods and storage time on free radical scavenging activity and total phenolic content of *Cosmos caudatus*. *Antioxidants*, 3(2), 358–370.

Melzig, M.F., Bader, G. & Loose, R. (2001). Investigations of the mechanism of membrane activity of selected triterpenoid saponins. *Planta Medica*, 67(1), 43–48.

Mesnager, R. & Antoniou, M.N. (2018). Ignoring adjuvant toxicity falsifies the safety profile of commercial pesticides. *Frontiers in Public Health*, 5, 361.

Middleton, E., Kandaswami, C. & Theoharides, T.C. (2000). The effects of plant flavonoids on mammalian cells: implications for inflammation, heart disease, and cancer. *Pharmacological Reviews*, 52(4), 673–751.

Mishra, S., Singh, B.R., Singh, A., Keswani, C., Naqvi, A.H. & Singh, H.B. (2014). Biofabricated silver nanoparticles act as a strong fungicide against *Bipolaris sorokiniana*. *PLOS ONE*, 9(5), e97881.

Morones, J.R., Elechiguerra, J.L., Camacho, A., Holt, K., Kouri, J.B., Ramirez, J.T. & Yacaman, M.J. (2005). The bactericidal effect of silver nanoparticles. *Nanotechnology*, 16(10), 2346–2353.

N

Nair, R., Varghese, S.H., Nair, B.G., Maekawa, T., Yoshida, Y. & Kumar, D.S. (2010). Nanoparticulate material delivery to plants. *Plant Science*, 179(3), 154–163.

P

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

Pavela, R., Murugan, K., Canale, A. & Benelli, G. (2016). Nano-insecticides for the twenty-first century: what do we know? *Environmental Science and Pollution Research*, 23, 20849–20862.

Pavela, R., Stepanycheva, E., Shchenikova, A., Chermenskaya, T. & Petrova, M. (2017). Essential oils as prospective fumigants against *Tribolium castaneum*. *Industrial Crops and Products*, 94, 755–761.

R

Rai, M., Yadav, A. & Gade, A. (2012). Silver nanoparticles as a new generation of antimicrobials. *Biotechnology Advances*, 27(1), 76–83.

Rattan, R.S. (2010). Mechanism of action of insecticidal secondary metabolites of plant origin. *Crop Protection*, 29(9), 913–920.

S

Salama, H.S. & Hamid Saleh, M.R. (1996). Biological activity of anabasine, an alkaloid from *Anabasis aphylla*, against stored-grain insects. *Journal of Applied Entomology*, 120(1–5), 565–570.

Siddique, S., Jahan, M., Rasool, M.H., Bhatti, M.F. & Akhtar, M. (2020). Green synthesis of silver nanoparticles from *Azadirachta indica* and their insecticidal activity against *Tribolium castaneum*. *Nanomaterials*, 10(7), 1363.

Singh, P., Kim, Y.J., Zhang, D. & Yang, D.C. (2018). Biological synthesis of nanoparticles from plants and microorganisms. *Trends in Biotechnology*, 34(7), 588–599.

Sokoloff, A. (1977). *The Biology of Tribolium with Special Emphasis on Genetic Aspects* (3 volumes). Oxford University Press.

T

Tapondjou, A.L., Adler, C., Bouda, H., & Fontem, D.A. (2002). Efficacy of powder and essential oil from *Chenopodium ambrosioides* leaves as post-harvest grain protectants against six-stored product beetles. *Journal of Stored Products Research*, 38(4), 395–402.

Terra, W.R., & Ferreira, C. (1994). Insect digestive enzymes: properties, compartmentalization and function. *Comparative Biochemistry and Physiology Part B*, 109(1), 1–62.

Tomizawa, M. & Casida, J.E. (2005). Neonicotinoid insecticide toxicology: mechanisms of selective action. *Annual Review of Pharmacology and Toxicology*, 45, 247–268.

Trematerra, P. & Sciarretta, A. (2004). Spatial distribution of some insects infesting a feed mill. *Journal of Stored Products Research*, 40(4), 363–377.

U

U.S. Army Public Health Command (Provisional). (2010). Stored Product Pests: Flour Beetles. Entomological Sciences Program, Aberdeen Proving Ground, Maryland, USA.