

PROCEEDINGS OF THE
FIFTH INTERNATIONAL WORKING CONFERENCE
ON STORED - PRODUCT PROTECTION

VOLUME I

Bordeaux, France, September 9-14, 1990

INFLUENCE DE LA REPARTITION DE QUATRE INSECTICIDES DANS
LES GRAINS DE FROMENT A L'EGARD DE *Sitophilus oryzae*,
DE *Rhizopertha dominica* ET DE *Tribolium confusum*.

SCHIFFERS, B. C.*. MAHAUT, T.* & ROLAND, L.**

* Unité de Chimie Analytique & Phytopharmacie.

** Centre de Recherches de Phytopharmacie.

Faculté des Sciences Agronomiques de Gembloux

Passage des Déportés, 2

5030 - GEMBLoux (Belgique).

ABSTRACT

Laboratory trials indicate that non-uniform distributions of high insecticide levels in wheat grains could be as effective as an uniform treatment of the whole bulk with low concentrations. Adults of *S. oryzae*, *R. dominica* and *T. confusum* have been incorporated to several treated and untreated grain mixtures. Malathion, pirimiphos-methyl, chlorpyrifos-methyl or deltamethrin was applied to 100% or only 10%, 1%, 0.2% and 0.1% of the grain mass; final concentrations in the grains were always respectively equals to 10, 4, 2.5 and 1 ppm. Chlorpyrifos-methyl appears to be the more effective insecticide for unevenly distributions whatever the tested insect may be. Treatment of various carriers has also been considered.

1. INTRODUCTION

Si l'on excepte les fumigants, les matières actives utilisées dans la désinsectisation des denrées ne sont pas employées directement, mais sont formulées pour être utilisées: par enrobage à sec, par pulvérisation de poudres mouillables ou de concentrés émulsionnables, ou encore par nébulisation de formulations prêtes à l'emploi. Selon BUQUET (1978), la nébulisation assure une répartition de l'insecticide et une homogénéité du traitement très supérieures à ce qui est obtenu avec d'autres formulations.

Il est couramment admis par divers auteurs (BUQUET, 1978; MULTON, 1982), comme par les utilisateurs (MATHON, 1986; BULOT, 1990) que pour assurer un traitement efficace des grains destinés au stockage, les méthodes d'application utilisées (lesquelles se réduisent dans 90 % des cas à la nébulisation) doivent viser à atteindre un dépôt de matière active sur les grains aussi homogène que possible pour l'ensemble de la masse. Admettre ce principe néglige cependant la capacité des insectes à se déplacer dans la masse des grains en cours de stockage, et les éventuels effets de la redistribution de la matière active des grains traités aux non-traités, soit par effet-vapeur, soit par le frottement des grains entre eux au cours des opérations de transilage. MINETT et WILLIAMS (1971 et 1976) ont d'ailleurs montré qu'une répartition discontinue de malathion pouvait offrir une protection efficace et prolongée des stocks.

Quand l'ensemble de la masse des grains est traitée, la disparition des résidus est uniquement liée à la cinétique de dégradation des matières actives qui y sont appliquées, et dépend du composé choisi, de la dose appliquée et des conditions du stockage. Pour limiter le niveau des résidus sur les grains, il pourrait s'avérer intéressant de distribuer, dans la masse à protéger, des granulés en nombre suffisant pour assurer leur rencontre par les ravageurs et qui pourraient être

retirés en fin de stockage par triage. Déjà DUCOM (1987) annonçait pour la même raison que le poudrage pourrait revenir à la mode.

La suppression des dépôts sur les grains offre *a priori* plusieurs avantages tels que: l'abaissement du niveau des résidus, la modulation à volonté du délai entre le traitement et la consommation, la réduction des phénomènes d'hydrolyse, d'adsorption et/ou de pénétration des insecticides. Une plus longue persistance d'action et une meilleure efficacité peuvent également être recherchées par la mise au point de granulés à libération contrôlée de matière active.

Il nous est apparu intéressant de comparer l'efficacité envers trois ravageurs (*Sitophilus oryzae*, *Rhizopertha dominica* et *Tribolium confusum*), de quatre insecticides (le malathion, le pyrimiphos-méthyl, le chlorpyrifos-méthyl et la deltaméthrine) diversément répartis sur grains de froment. Les mortalités induites par les traitements et l'effet sur la génération suivante (F1) sont mesurés. Enfin, l'efficacité du grain comme support du chlorpyrifos-méthyl est comparée à celle de billes de verre ou de polyéthylène enrobées d'insecticide.

2. MATERIEL ET METHODES

2.1. Les insectes

L'élevage des insectes, ainsi que le conditionnement des grains de froment avant et après traitements, a été réalisé à l'obscurité dans des enceintes maintenues à une température constante de $27 \pm 2^\circ \text{C}$, et une humidité relative de $70 \pm 2\%$. *S.oryzae* et *R.dominica* sont élevés sur des grains de froment entiers, non traités. *T.confusum*, ravageur secondaire, est élevé sur du son de froment non traité, en mélangeant 2/3 de son propre à 1/3 de son infesté d'oeufs et de larves.

Excepté pour *T.confusum*, des adultes d'âge connu (entre 1 et 14 jours) ont été utilisés pour les essais d'efficacité; ils sont produits par tamisages successifs des grains infestés.

2.2. Supports traités

Le poids de mille grains du froment (cv. "Odéon") qui sert de support végétal est égal à 48,2 g. L'humidité à l'équilibre et le poids à l'hectolitre, mesurés à l'aide d'une sonde MULTIGRAIN™, sont respectivement de 13,6 % et de 84,2 kg.

Le support alternatif envisagé est constitué de billes enrobées d'insecticide, soit en verre (diamètre 5 mm), soit en polyéthylène (diamètre 4 mm).

2.3. Insecticides

Les formulations de pesticides utilisées sont des concentrés émulsionnables (EC): le MALATHYNE 250 à 250 g/l de malathion, l'ACTELLIC 500 à 500 g/l de pyrimiphos-méthyl, et des échantillons d'EC à 500 g/l de chlorpyrifos-méthyl ou de deltaméthrine fournis par ROUSSEL-UCLAF. L'expérience de traitements antérieurs (SCHIFFERS *et al.*, 1987) a montré que, sur de petits lots de grains, la répartition de formulations liquides était supérieure à celle de formulations en poudre.

2.4. Doses et traitements envisagés

a) Pour la comparaison de diverses répartitions

L'efficacité de 5 répartitions différentes d'insecticide est comparée à l'égard de 3 insectes. Les fractions traitées représentent 100 %, 10 %, 1 %, 0,2 % et 0,1 % de la masse totale des grains, et les doses appliquées sont respectivement égales: à la dose de référence pour les 100% (soit 10, 4, 2,5, et 1 ppm pour le malathion, le pyrimiphos-méthyl, le chlorpyrifos-méthyl

et la deltaméthrine), et à 10, 100, 500, et 1000 fois la dose de référence pour les autres fractions envisagées. Des grains non traités (0%) servent de témoins.

Dans chacun des 12 essais (4 m.a. x 3 espèces), les 6 objets sont répartis en 5 unités expérimentales de 200 g \pm 0,01 g. Ces boîtes sont éventuellement remplies de grains non traités, et complétées d'un poids de grains traités au prorata de la répartition envisagée. Les répétitions relatives aux objets 0,2 % et 0,1 %, contiennent un nombre exact de grains traités (respectivement de 8 et 4 grains). Le tableau I présente la composition de chacune des unités expérimentales en fonction des matières actives et des fractions traitées. Les grains traités sont ensuite dispersés de façon homogène dans la masse par agitation des boîtes.

Tableau I - Composition des unités expérimentales: poids de grains traités et non traités (en g), et dépôts correspondants d'insecticide (en ppm) pour chaque matière active.

% gr. traités	Pds gr. n. tr.	Pds gr. tr.	MALATHION	PYRIMIPHOS-METHYL	CHLORPYRIPHOS-METHYL	DELTAMETHRINE
100	0,0	200,0	10	4	2,5	1
10	180,0	20,0	100	40	25	10
1	198,0	2,0	1000	400	250	100
0,2	199,6	0,4	5000	2000	1250	500
0,1	199,8	0,2	10000	4000	2500	1000
0	200,0	0,0	-	-	-	-

Pds gr.n.tr.: poids de grains non traités.

Pds gr.tr.: poids de grains traités.

Chaque unité expérimentale est infestée par 50 insectes adultes, de l'espèce testée, et les 12 lots de trente boîtes sont placés, de façon complètement aléatoire, à l'obscurité dans les enceintes conditionnées

b) Pour la comparaison de divers supports

L'efficacité vis-à-vis de *S. oryzae* de l'application du chlorpyrifos-méthyl sur des grains est comparée à celle de billes enrobées de cette m.a. Cette comparaison est réalisée avant comme après un test de dégradation accélérée, la moitié des grains et des billes traités étant placés en étuve à $54 \pm 2^\circ \text{C}$, pendant 14 jours par analogie au test CIPAC en usage pour les formulations.

L'unité expérimentale est constituée d'une boîte de 200 g de grains. La fraction traitée représente soit 100 % de la masse (grains à 2,5 ppm), soit 1 % de celle-ci (grains, billes de verre ou de plastique à 250 ppm). Pour les billes, les boîtes contiennent soit 13 billes de verre ou 76 billes

de polyéthylène de façon à atteindre une teneur finale de 2,5 ppm: soit, 42 billes sont dispersées dans la masse pour représenter un nombre équivalent aux grains traités pour la répartition de 1%.

Pour chacun de ces 6 objets, 5 répétitions sont préparées avant, comme après le séjour à l'étuve. Les témoins consistent en 5 boîtes de 200 g de grains non traités. Les boîtes sont infestées par 50 adultes de *S. oryzae*, et placées dans l'enceinte conditionnée.

2.5. Application des insecticides sur les supports testés

Pour le traitement des lots de froment aux doses de références de 10, 4, 2,5, et 1 ppm, un kilo de grains est traité selon la technique déjà décrite par SCHIFFERS *et al.* (1989). Tandis que pour les fractions traitées à hautes doses, 100 g de grains de froment ou de billes sont placés dans un ballon de 500 ml fixé à un évaporateur rotatif, et reçoivent 50 ml d'une solution d'insecticide dans du méthanol, qui est ensuite évaporé.

2.6. Dosage du chlorpyrifos-méthyl

5 fois 25 g de grains ou de billes sont agités et macérés 12 heures dans 100 ml d'acétone (pour les grains et les billes de verre) ou de méthanol (pour les billes de plastique). Le dosage du chlorpyrifos-méthyl dans le surnageant est réalisé par CPG sur CARLO ERBA 4200 (Colonne en verre 1,5 m x 3 mm: OV-17 à 5% sur Chromosorb WHP 80-100 mesh: gaz vecteur: hélium 60 ml/min: température isotherme 230°C: injecteur 230°C: détecteur 275°C: thermoionique NPSD; injection: 2 µl).

2.7. Bioessais

a) Mesure de la mortalité

La mortalité des insectes est observée (Mo) à des dates successives, et exprimée en mortalité corrigée (Mc), tenant compte de la mortalité naturelle chez les témoins (Mt) selon la formule suivante (formule d'ABBOTT): $Mc (\%) = 100 \cdot [(Mo - Mt) / (100 - Mt)]$.

b) Effet sur la génération suivante (F1)

Après chaque comptage, les insectes morts et vivants sont replacés dans leur boîte, pour être retirés définitivement le quatorzième jour, 60 jours (pour *S. oryzae*) et 70 jours après l'infestation (pour *R. dominica* et *T. confusum*), un comptage des adultes F1 est effectué.

3. RESULTATS

3.1. Effet de la répartition sur l'efficacité

La mortalité est observée après 1 jour et 7 jours pour les traitements aux organophosphorés: 4 et 14 jours pour les traitements à la deltaméthrine. On procède à une transformation des Mc selon: $Y(Mc) = 2 \arcsin (1/100) \sqrt{Mc + a}$, où *a* vaut 4, 7, et 10 pour *S. oryzae*, *R. dominica* et *T. confusum*.

Les analyses de la variance à deux critères de classification (matières actives et répartitions sur grains), réalisées pour *S. oryzae*, *R. dominica* et *T. confusum* aux deux dates d'observation ont montré dans tous les cas l'existence de différences et d'interactions très hautement significatives entre les matières actives et leurs répartitions. Le test de NEWMAN et KEULS ($\alpha = 0,05$) indique, pour les quatre matières actives, quand les répartitions ont une efficacité équivalente (chiffres soulignés). Les tableaux II, III et IV reprennent les mortalités corrigées moyennes (en %) enregistrées aux deux dates d'observation en fonction des 4 matières actives et des 6 modes de répartitions, ainsi que le nombre d'adultes en F1.

Tableau II - *S. oryzae*: Mc moyennes (en %) aux deux dates d'observation et nombre d'adultes en F1.

MATIERES ACTIVES	FRACTIONS DE GRAINS TRAITES					
	0 %	0,1 %	0,2 %	1 %	10 %	100 %
Malathion	0	5,2	18,2	77,1	100,0	100,0
	0	65,5	93,4	100,0	100,0	100,0
F1:	1281,2	515,6	192,8	31,4	4,4	1,6
Pyrimiphos-méthyl	0	19,7	40,3	88,2	100,0	100,0
	0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
F1:	1502,4	51,4	31,6	10,8	2,4	2,2
Chlorpyrifos-méthyl	0	3,2	23,5	49,1	82,8	84,7
	0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
F1:	1244,4	35,6	7,6	2,2	0,2	0,0
Deltaméthrine	0	2,4	45,3	80,7	90,3	93,5
	0	9,0	75,9	100,0	100,0	100,0
F1:	1033,0	1013,6	146,5	1,5	0,2	0,0

Tableau III - *R. dominica*: Mc moyennes (en %) aux deux dates d'observation et nombre d'adultes en F1.

MATIERES ACTIVES	FRACTIONS DE GRAINS TRAITES					
	0 %	0,1 %	0,2 %	1 %	10 %	100 %
Malathion	0	1,2	0,8	3,2	3,6	37,7
	0	4,0	15,0	57,4	65,0	97,2
F1:	438,4	29,6	5,0	0,8	0,4	0,0
Pyrimiphos-méthyl	0	0,9	4,1	1,3	4,5	23,7
	0	1,7	21,4	30,7	24,2	87,1
F1:	499,5	51,2	11,6	5,4	4,0	0,0
Chlorpyrifos-méthyl	0	4,0	4,1	21,5	42,3	45,7
	0	65,6	78,6	94,3	99,2	98,3
F1:	198,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Deltaméthrine	0	15,4	18,2	20,6	22,0	29,1
	0	96,4	100,0	100,0	100,0	100,0
F1:	296,2	3,6	0,6	0,0	0,0	0,0

Tableau IV - *T.confusum* : Mc moyennes (en %) aux deux dates d'observation et nombre d'adultes en F1.

MATIERES ACTIVES	FRACTIONS DE GRAINS TRAITES					
	0 %	0.1 %	0.2 %	1 %	10 %	100 %
Malathion	0	3.2	2.0	9.9	62.1	99.2
	0	35.9	19.3	87.5	100.0	100.0
F1:	95.2	2.0	19.8	0.2	0.0	0.0
Pirimiphos-méthyl	0	2.0	4.4	15.6	35.2	95.6
	0	47.9	55.9	97.9	99.2	100.0
F1:	93.0	0.0	0.4	0.0	0.0	0.0
Chlorpyrifos-méthyl	0	0.0	18.8	53.8	40.8	91.3
	0	49.6	94.5	100.0	94.9	100.0
F1:	124.0	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0
Deltaméthrine	0	0.0	0.9	0.0	0.0	0.5
	0	0.0	0.0	0.0	0.0	1.4
F1:	114.3	102.2	102.5	111.0	70.6	76.8

3.2. Effet de la nature du support sur l'efficacité

Le tableau V reprend les résultats des dénombrements des insectes morts et vivants effectués 4 et 6 jours après l'infestation des grains (% moyens de 5 répétitions des mortalités corrigées), ainsi que les dépôts moyens (intervalles de confiance pour $\alpha = 0,05$) de chlorpyrifos-méthyl obtenus sur les grains traités à 2.5 ppm et 250 ppm, sur les billes de verres (BV) et de plastique (BP) traitées à 250 ppm, avant et après le séjour en étuve (14 jours à 54 °C) (moyennes de 5 répétitions).

Tableau V - Mc moyennes (en%) et dépôts (en ppm) de chlorpyrifos-méthyl.

SUPPORT	AVANT 14 JOURS A 54 °C		APRES 14 JOURS A 54 °C	
	JOUR 4	JOUR 6	JOUR 4	JOUR 6
GR. 100 % Mc:	100	100	0	0
ppm:	1.92 ± 0.12		0.48 ± 0.07	
GR. 1 % Mc:	100	100	4	13.3
ppm:	221.5 ± 6.4		56.4 ± 1.2	
BV 13 Mc:	100.0	100.0	100.0	100.0
ppm:	186.5 ± 12.1		99.0 ± 5.6	
BP 76 Mc:	96.8	100.0	54.4	98.0
ppm:	196.9 ± 6.4		27.1 ± 1.2	
BV 42 Mc:	100.0	100.0	100.0	100.0
BP 42 Mc:	61.9	96.8	15.1	67.8

Avec GR 100 %: 100 % de grains traités à 2,5 ppm; GR 1 %: 1 % de grains traités à 250 ppm (42 grains); BV 42: 42 billes en verre à 250 ppm /bte; BP 42: 42 billes en plastique à 250 ppm /bte; BV 13: 13 billes en verre à 250 ppm /bte; BP 76: 76 billes en plastique à 250 ppm/bte.

4. DISCUSSIONS ET CONCLUSIONS

Les résultats montrent que pour être efficace, la répartition d'insecticide sur les grains ne doit pas être forcément uniforme. Ainsi, l'application sur seulement 0,1% des grains de deltaméthrine a permis le contrôle total de *R. dominica* ou pour le chlorpyrifos-méthyl et le pyrimiphos-méthyl de *S. oryzae*. Sur l'ensemble des douze essais, le spectre d'efficacité le plus large est obtenu avec le chlorpyrifos-méthyl qui, appliqué sur 1 % des grains, est efficace à l'égard des trois insectes étudiés.

Néanmoins, plus les fractions de grains traitées sont faibles, moins les insectes meurent rapidement (la probabilité de rencontre entre la matière active et l'insecte diminuant).. mais le risque d'un développement d'une génération suivante (F1) semble très réduit.

Les doses de 10, 4, 2.5, et 1 ppm.. de malathion, pyrimiphos-méthyl, chlorpyrifos-méthyl et deltaméthrine présentent des efficacités très variables, vis-à-vis de *S. oryzae*, *R. dominica* et *T. confusum*. Si *S. oryzae* peut être contrôlé par les 4 insecticides, *R. dominica* est surtout sensible à la deltaméthrine mais peu au pyrimiphos-méthyl et au malathion. *T. confusum* s'est montré par contre tout à fait insensible à la deltaméthrine. La connaissance des insectes et de leurs sensibilités aux différents insecticides reste donc un préalable nécessaire à toute intervention.

Il ressort aussi de l'examen du tableau V que la nature du support employé pour l'application de la matière active conditionne directement l'importance de la décomposition, les interactions de surface et par conséquent la disponibilité de l'insecticide.

Ainsi, si la dégradation la plus faible est obtenue avec les billes de verre (matériau supposé inerte), l'utilisation de grains (matériau vivant) comme support entraîne une décomposition du chlorpyrifos-méthyl deux fois plus importante. Il est cependant difficile de distinguer ici la nature des phénomènes mis en cause (phénomènes physico-chimiques de dégradation ou de pénétration dans le grain, et biochimiques de métabolisation). De même, la plus faible persistance du chlorpyrifos-méthyl (13,8%) est obtenue pour les billes en plastique ayant séjourné 14 jours en étuve. Pourtant, l'efficacité présentée par celles-ci sur *S. oryzae* est nettement supérieure à celle obtenue pour les grains traités à la même dose initiale, et où la persistance observée après le test est pourtant de 25,5%. L'absence de mortalité malgré des teneurs, sur les grains traités à 100%, de 0,48 ppm pourrait aussi s'expliquer par une forte liaison en surface de la matière active empêchant son prélèvement par les insectes.

En conclusion, il se confirme que le grain est loin d'être un support inerte et idéal pour les insecticides, et que le choix d'un support approprié pour la matière active, dans le cadre du développement de nouvelles formulations, peut permettre de trouver un compromis satisfaisant entre la stabilité de la matière active au cours du stockage, sa disponibilité et sa libération progressive dans le milieu à protéger, tout en conservant à son action toxique une rapidité suffisante.

REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier M. Prof. A. Copin pour ses conseils et avoir accepté de relire cet article. Ils expriment leur gratitude au Dr J. Duguet (Roussel-Uclaf) pour la fourniture des échantillons de chlorpyrifos-méthyl et de deltaméthrine, ainsi qu'aux firmes I.C.I. et CHIMAC-AGRIPHAR pour leur échantillon d'insecticide. Leurs remerciements s'adressent également à MM. Clamot et Vandam, Station d'Amélioration des Plantes de Gembloux, pour les quantités de froment "Odéon" nécessaires aux essais.

5. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- BULOT, S. (1990). Traitements à la carte pour le grain stocké. Semences et Progrès, 63, 140-142.
- BUQUET, R. (1978). Traitement de contact contre les insectes et acariens des céréales stockées. Insectes et acariens des céréales stockées. AFNOR (Paris), 139 p.
- DUCOM, P. (1987). Dernières tendances dans la protection des grains stockés. Phytoma - Défense des Cultures, 385, 38 - 39.
- MATHON, B. (1986). Les insectes du stockage. Agromais, 44, 30-32.
- MINETT, W. et WILLIAMS, P. (1971). Influence of malathion distribution on the protection of wheat grain against insect infestation. J. Stored Prod. Res., 7, 233-242.
- MINETT, W. et WILLIAMS, P. (1976). Assessment of non-uniform malathion distribution for insect control in a commercial wheat silo. J. Stored Prod. Res., 12, 27-33.
- MULTON, J. L. (1982). Conservation et stockage des grains et graines et produits dérivés. Technique & Documentation Lavoisier, APRIA (Paris), 1155 p.

SCHIFFERS, B.C., FRASELLE J., HAUBRUGE E. et VERSTRAETEN Ch. (1987). Etude de la persistance d'efficacité de quelques insecticides à l'égard de trois coléoptères des denrées entreposées (*Acanthoscelides obiectus* SAY (Bruchidae), *Trogoderma granarium* EVERTS (Dermestidae) et de *Prostephanus truncatus* HORN. (Bostrichidae)). Med. Fac. Landbouww. Rijksuniv. Gent, 52 (2a), 507-514.

SCHIFFERS, B.C., HAUBRUGE, E., GABRIEL, E., RODRIGUEZ-COBOS, C. & LEDEINE, J.M. (1989). Comparaison d'efficacité de cinq insecticides pyréthrinoïdes à l'égard de six insectes ravageurs des denrées entreposées. Med. Fac. Landbouww. Rijksuniv. Gent, 54/3b, 1095-1104.