



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi -Tébessa-

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la vie

Département de Biologie des Êtres Vivants

MEMOIRE DE MASTER

Spécialité : BIOLOGIE ANIMALE

Option : Ecophysiologie Animale

Titre

**Évaluation du potentiel insecticide des huiles essentielles d'une
plante médicinale contre les insectes ravageurs des denrées
stockées : Aspects toxicologiques, et impact sur le pouvoir
germinatif du blé**

Présentée par :

SAOUD Nidhal

BOUGHERARA Amira

Devant le jury :

Dr. MEBARKIA Nadjoua	Examinatrice	U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi-Tébessa
Dr. BOUZIDI Oulfa	Encadrante	U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi-Tébessa
Dr. TORCHENE Nouha	Présidente	U. Echahid Cheikh Larbi Tebessi-Tébessa

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

يرفع الله الذين آمنوا منكم و الذين أوتوا العلم درجات

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à exprimer notre profonde gratitude à Allah Tout-Puissant, pour nous avoir accordé la force, la patience et la santé nécessaires afin de mener à bien ce modeste travail

*. Nous adressons nos sincères remerciements à notre encadrante, **Dr. Bouzidi Oulfa** pour son encadrement précieux, son soutien constant et ses conseils scientifiques éclairés tout au long de la réalisation de ce travail.*

*Nous exprimons également notre vive reconnaissance à la présidente du jury, **Dr . Torchene Nouha**, pour avoir accepté de présider ce jury, ainsi que pour le temps consacré et l'intérêt porté à l'évaluation de ce travail*

*Nos remerciements s'adressent aussi à **Dr. Najwa Mebarkia**, en tant qu'examinatrice, pour avoir accepté d'évaluer ce travail, ainsi que pour ses remarques scientifiques pertinentes qui ont contribué à l'amélioration de ce mémoire.*

Enfin, nous tenons à remercier toutes les personnes qui nous ont soutenus, encouragés et accompagnés de près ou de loin tout au long de ce parcours.

DEDICACE

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ: [وآخر دعواهم أن الحمد لله رب العالمين

إلى من غاب عني جسده وبقي أثره في قلبي، جدي **كيلاني** رحمه الله الذي كان يتمنى رؤية هذا اليوم أهدي هذا العمل وفاء و ذكرى

إلى مصدر الحب والحنان في حياتي إلى اليدين اللتين رفعتا الدعاء لي في كل حين إلى جدتي الغالية **باهية**

إلى من شرفني بحمل اسمه كل من كلل العرق جبينه ومن علمني أن النجاح لا يأتي إلا بالصبر والإصرار إلى النور الذي أنار دربي والسراج الذي لا ينطفئ نوره بقلبي أبداً ... من بذل الغالي والنقيس، فاستمدت منه قوتي واعتزازي بذاتي إلى **أبي**

إلى من جعل الجنة تحت أقدامها وسهرت الليالي لأجل راحتني ودعائها إلى الأنسنة العظيمة التي لطالما تمنيت أن أقر عينها في يوم كهذا إلى **أمي**

إلى من علماني أن الدنيا كفاح وسلاحه العلم والمعرفة داعماي في مسيرتي و سندي وقوتي بعد الله ،كنتم دائما بالقرب من طريقي، تساندوني بصمت ومحبة، بوجودكم كان الطريق أخف

إلى فخري واعتزازي **عمي ..زهير**

إلى من غمرني بالمحبة والدعوات الصادقة، وكان لوجودهن أثر جميل في مسيرتي..**عماتي العزيزات**

إلى ضلعي الثابت، وأمان أيامي إلى من شددت عضدي بها إلى قرة عيني... **ونس**

إلى **أبناء وبنات عماتي**، الأقرب لقلبي، رفقاء طفولتي وذكرياتتي الجميلة، شكراً لكم على المحبة والدعم والوجود الدائم بجانبني.

إلى رفيقات الإقامة ورفيقات دربي و أيامي في مشواري كلٌ باسمها ومقامها ، شكراً لكن على الأنس،كنتن صحبة لا تُنسى

إلى أبناء فلسطين،إلى الأرض المباركة وأهلها الصامدين

أهديكم هذا الإنجاز وثمره نجاحي الذي لطالما تمنيته ها أنا اليوم أكملت وأتممت وآخر دعواي أن الحمد لله رب العالمين

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

(يَرْفَعُ اللَّهُ الَّذِينَ آمَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ)

قبل كل أحد، وبعد كل أحد، الشكر للواحد الأحد، الفرد الصمد، الذي أمدنا بالقوة والعون والسدد لإنجاز هذا العمل، وندعوه عز وجل أن يجعله خالصاً لوجهه الكريم

.«من قال: «أنا لها نالها وأنا لها إن ابت رغباً عنها أتيت بها

لم تكن الرحلة قصيرة، ولا ينبغي لها أن تكون كذلك، ولم يكن الحلم قريباً، ولا الطريق مفروشاً بالتسهيلات، لكنني واصلت السعي حتى نلتها وحققته

.إلى كل عثرة علمتني القوة، ولم تكن سقوطاً بل بداية جديدة

.إلى كل حلم قادني إلى هذه اللحظة، ولم يكن وهماً بل خريطة طريق رسمت ملامح مستقبلي

.إلى كل نجاح ذكرني بأن التواضع زينة الإنجاز، وأن التقدم لا يتحقق إلا بالمزيد من الاجتهاد

أهدي هذا النجاح إلى الأمل الذي لم ينطفئ يوماً، وإلى الطموح الذي لم يعرف الاستسلام، وإلى إرادة أمنت بالمستحيل حتى جعلته حقيقة، وإلى الإنسانية التي أصبحت عليها بعد هذه الرحلة الطويلة

إلى من زين اسمي بأجمل الألقاب، ودعمني بلا حدود، وأعطاني دون مقابل، وعلمني أن الحياة كفاح وسلاحها العلم والمعرفة، إلى ... (سندي الأول وقوتي وملأني بعد الله إلى فخري واعتزازي والذي العزيز) **(بوغرة مختار**

، إلى من جعل الله الجنة تحت قدميها، واحتضنتني بقلبها قبل يديها، ويسرت لي الشدائد بدعائها

(إلى القلب الحنون والشمعة التي أنارت لي الليالي المظلمة، وإلى سر قوتي ونجاحي أُمي الغالية) **(بوغرة فتية**

إلى من كان خير سند لي في هذه المرحلة، ومنحني الثقة والقوة للاستمرار بثبات، شكراً لكل كلمة دعم، ولكل موقف صادق، ولكل لحظة كان فيها إلى جانبي، فكان لوجوده أثر جميل في هذه المسيرة

(خطيبتي) (جديلي حاتم

إلى ضلعي الثابت وأمان أيامي، وإلى من شددت عضدي بهم فكانوا لي يناييع أرتوي منها، وإلى خيرة أيامي وبهجتها، وإلى قرة

(عيني أختي) (بوغرة رشا) أخي (بوغرة رياض

وبكل مشاعر الامتنان والتقدير، أتقدم بخالص الشكر والعرفان إلى أستاذتي المشرفة **(بوزيدي ألفة)**، التي كانت خير موجه وسند طوال هذا المشوار، فلم تبخل عليّ بعلمها ولا بنصحها، وكانت دائماً مصدر ثقة ودعم أستمد منه القوة للاستمرار، فجزاها الله عني خير الجزاء

إلى صديقاتي العزيزات من شاركنني أفراح هذه الرحلة وتحدياتها، شكراً لكل على الدعم الصادق والكلمات المشجعة والذكرات الجميلة التي ستبقى خالدة في القلب. لقد كانت صداقتكن نوراً أضاء هذا الطريق، وسيظل أثرها مرتبطاً بهذه اللحظة من النجاح

كما أتوجه بخالص الشكر والتقدير إلى جميع أستاذتي الكرام الذين ساهموا في تكويني العلمي، وأناروا طريقي بعلمهم وتوجيهاتهم ونصائحهم القيمة

ولا يفوتني أن أعبر عن عميق امتناني لكل من مد لي يد العون، وساندني بكلمة طيبة أو دعوة صادقة، وأسهم من قريب أو بعيد في إنجاز هذا العمل وإتمامه

SOMMAIRE

Sommaire

Abstract	
..... i	

Résumé	
.....ii	

ملخص	
.....iii	

<u>Introduction</u>	1
----------------------------	---

<u>2.MATERIEL ET METHODES</u>	5
--------------------------------------	---

<u>2.1. Présentation de <i>Sitophilus granarius</i>(Linné ,1758)</u>	5
---	---

<u>2.2. Collecte et élevage des ravageurs</u>	6
--	---

<u>2.3. Matériel végétal et préparation</u>	7
--	---

<u>2.3.1. Présentation de la plante du <i>Citrus sinensis</i> (Osbeck ,1765)</u>	7
--	---

<u>2.3.2. L'extraction de l'huile essentielle</u>	8
--	---

<u>2.4. Traitement et Bioessais</u>	9
--	---

<u>2.4.1. Toxicité des adultes par fumigation</u>	9
--	---

<u>2.4.2. Test de répulsion (zone préférentielle)</u>	10
--	----

<u>2.4.3. Test d'ingestion</u>	11
---------------------------------------	----

<u>2.5. Test de germination</u>	12
--	----

<u>2.6. Analyse phytochimique</u>	13
--	----

<u>2.6.1. Recherche des flavonoïdes et leucoanthocyanes</u>	14
--	----

<u>2.6.2. Recherche des quinones</u>	15
---	----

<u>2.6.4. Recherche des saponines</u>	15
--	----

<u>2.6.5. Recherche des tanins</u>	16
---	----

<u>2.6.6. Recherche des terpénoïdes et des stéroïdes</u>	16
---	----

<u>2.7. Activité antioxydant (test DPPH)</u>	16
---	----

<u>2.7.1. Test de piégeage du radical libre DPPH</u>	16
---	----

<u>2.8. Evaluation de l'activité antibactérienne</u>	17
---	----

<u>2.8.1. Préparation de l'inoculum bactérien</u>	17
--	----

<u>RESULTATS</u>	21
-------------------------	----

<u>3.1. Rendement et Propriétés organoleptiques des huiles essentielles de <i>Citrus siensis</i></u>	
---	--

<u>3.2. Screening phytochimique</u>	21
--	----

<u>3.3. Évaluation de l'efficacité antioxydante de l'HE de <i>C. sinensis</i></u>	23
--	----

<u>3.4. Essais toxicologiques</u>	24
--	----

<u>3.4.1. Toxicité des huiles essentielles par fumigation</u>	24
<u>3.4.2. Toxicité des huiles essentielles par ingestion</u>	25
<u>3.5. Effet répulsif des huiles essentielles</u>	26
<u>3.6. Effet des HEs sur le taux de germination des graines</u>	27
<u>3.7. Évaluation de l'activité antibactérienne</u>	27
<u>3.7.1. Technique de disque</u>	27
<u>Discussion</u>	29
<u>4.1 Le rendement en huile essentielle</u>	29
<u>4.2. Analyse phytochimique</u>	32
<u>4. 3. Activité antioxydante de l'HE de <i>Citrus sinensis</i></u>	35
<u>4.4. Activité insecticide de l'HE de <i>Citrus sinensis</i></u>	37
<u>4.5. Activité répulsive de l'HE de <i>Citrus sinensis</i></u>	40
<u>4.6. Activité antimicrobienne</u>	43
<u>4.7. Le taux de germination des graines de blé</u>	46
<u>Conclusion et perspective</u>	51
<u>Références bibliographiques</u>	54

LISTE DES FIGURE

LISTE DES FIGURES

N°	Titre des Figures	Page
1	<i>Sitophilus granarius</i> (A:face dorsale;B:face ventrale) (photos personnelles,2026)	5
2	Site de collecte <i>charançon</i> OAIC El Aouinet (photo personnelle ,2026)	6
3	Elvage du <i>charançon</i> (photos personnelle ,2026)	7
4	Préparation des écorces d'orange Extraction d HE de <i>Citrus sinensis</i> (photos personnelles;2026)	9
5	Extraction d HE de <i>Citrus sinensis</i> (photos personnelles ,2026)	10
6	Test de toxicité par fumigation (photos personnelles,2026)	11
7	Test de répulsion (photos personnelles,2026)	12
8	Test d'ingestion (photos personnelles,2026)	12
9	Test de germination(photos personnelles ,2026)	13
10	Méthodologie de détection qualitative des principaux métabolites secondaires dans les extraits de <i>Citrus sinensis</i> .	14
11	Les étapes de recherche du flavonoides et leucoanthocyanes (photos personnelles, 2026).	14
12	Recherche des quinones(photos personnelles;2026)	15
13	Méthode de disque (photos personnelles, 2026).	23
14	Activité antioxydante de l'HESM et de l'acide ascorbique par la méthode de piégeage du radical DPPH (A) HE ; (B) Acide ascorbique ($m \pm SEM$; $n = 4$ répétitions)..	24
15	Effet des HES ($\mu\text{l/l}$ d'air) des écorces de <i>C. sinensis</i> appliquées par fumigation sur les adultes de <i>S. granarius</i> : (A) Courbes de référence exprimant les probits en fonction du logarithme des doses; (B) Mortalité corrigée (%) à différentes périodes ($m \pm SEM$, $n=4$ répétitions de 10 individus chacune). test HSD de Tukey.	24
16	Effet des HES ($\mu\text{l/l}$ d'air) des écorces de <i>C. sinensis</i> appliquées par fumigation sur les adultes de <i>S. granarius</i> : (A) Courbes de référence exprimant les probits en fonction du logarithme des doses; (B) Mortalité corrigée (%) à différentes périodes ($m \pm SEM$, $n=4$ répétitions de 10 individus chacune). test HSD de Tukey.	25
17	Effet des huiles essentielles des écorces de <i>C.sinensis</i> sur le taux de germination des graines % (moyenne $\pm SEM$; $n=4$ répétition contenant chacune 10 graines).	27
18	Photographies des zones d'inhibition obtenues par l'huile de <i>C. sinensis</i> contre les souches bactériennes et fongique testées par la méthode de diffusion sur disque.	27

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES TABLEAUX

N°	Titre des Tableaux	Page
1	La classification systématique du chrançon du blé	
2	Le classement des PR se fait selon Me Donald et al .(1970) .	11
3	Différent souches microbiennes utilisé ainsi que leurs provenances .	17
4	Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle des écorces d'orange.	21
5	Détecion des constituants phytochimiques dans les feuilles et les cônes de <i>Citrrus sinensis</i> .	22
6	Concentration létales (μ l /L D'aire) de l'HECS déterminées chez les adultes de <i>S. granarius</i>	25
7	Concentrations létales (μ l/ml d'air) de l'HECS déterminées chez les adultes de <i>S. granarius</i> à différentes périodes.	26
8	Activité répulsive (%) des HEs des écorces de <i>Citrus sinensis</i> contre les adultes de <i>S. granarius</i> à différents temps d'exposition.	26
9	Les rendements des huiles essentielles des écorces d'orange <i>Citrus sinensis</i> selon les méthodes d'extraction et les variétés d'orange	31

Abstract

Wheat is considered one of the most important food crops worldwide. However, its storage is severely affected by the pest *Sitophilus granarius*, which is responsible for significant economic losses. This has led to the search for natural and safe alternatives to chemical pesticides based on effective plant-derived substances. This study aims to evaluate the biological activity of essential oil extracted from orange peels (*Citrus sinensis*), through the analysis of its phytochemical properties, antioxidant activity, antimicrobial activity (bacteria and fungi), as well as its insecticidal and repellent effects against the wheat weevil, in addition to its impact on seed germination. The results showed that the extraction yield of the essential oil was 3.06%, and phytochemical screening revealed the presence of bioactive compounds such as flavonoids, tannins, leucoanthocyanins, steroids, and terpenoids. Furthermore, the essential oil exhibited strong antioxidant activity and marked insecticidal activity against *Sitophilus granarius*, with mortality rates reaching 92.5% by fumigation and 95% by ingestion, accompanied by a repellent effect, while maintaining a high germination rate of 99%. In contrast, no antibacterial or antifungal activity was observed against the tested strains. In conclusion, orange peel essential oil appears to be a promising and safe natural biopesticide for the protection of stored grains, due to its antioxidant, insecticidal, and repellent properties.

Key Word: *Citrus sinensis*, phytochemical screening, antioxydante activity, anmicrobial activity, insecticide, *Sitophilus granarus*.

Résumé

Le blé constitue l'une des cultures alimentaires les plus importantes à l'échelle mondiale. Cependant, son stockage est fortement affecté par le ravageur *Sitophilus granarius*, responsable d'importantes pertes économiques, ce qui a conduit à la recherche d'alternatives naturelles et sûres aux pesticides chimiques, basées sur des substances végétales efficaces. Cette étude vise à évaluer l'activité biologique de l'huile essentielle extraite des écorces d'orange (*Citrus sinensis*), à travers l'analyse de ses propriétés phytochimiques, de son activité antioxydante, de son activité antimicrobienne (bactéries et champignons), ainsi que de son effet insecticide et répulsif contre le charançon du blé, en plus de son impact sur la germination des grains. Les résultats ont montré que le rendement d'extraction de l'huile essentielle était de 3,06 %, et l'analyse phytochimique a révélé la présence de composés bioactifs tels que les flavonoïdes, les tanins, les leucoanthocyanines, les stéroïdes et les terpénoïdes. Par ailleurs, l'huile essentielle a présenté une forte activité antioxydante ainsi qu'une activité insecticide marquée contre *Sitophilus granarius*, avec des taux de mortalité atteignant 92,5 % par fumigation et 95 % par ingestion, accompagnée d'un effet répulsif, tout en maintenant un taux de germination élevé de 99 %. En revanche, aucune activité antibactérienne ou antifongique n'a été observée contre les souches testées. En conclusion, l'huile essentielle d'écorces d'orange apparaît comme un biopesticide naturel prometteur et sûr pour la protection des grains stockés, grâce à ses propriétés antioxydantes, insecticides et répulsives.

Mots clés : *Citrus sinensis*, screening phytochimique, activité antioxydante, activité antimicrobienne, insecticide, *sitophilus granarius*.

ملخص

يُعد القمح أحد أهم المحاصيل الغذائية على المستوى العالمي. ومع ذلك، فإن تخزينه يتأثر بشكل كبير بأفة سوسة القمح المسؤولة عن خسائر اقتصادية معتبرة، مما أدى إلى البحث عن بدائل طبيعية وأمنة للمبيدات، *Sitophilus granarius*، الكيميائية تعتمد على مواد نباتية فعالة. تهدف هذه الدراسة إلى تقييم النشاط الحيوي للزيت الأساسي المستخلص من قشور البرتقال (*Citrus sinensis*)، ونشاطه المضاد للأكسدة، ونشاطه المضاد، للميكروبات (البكتيريا والفطريات)، بالإضافة إلى تأثيره المبيد والطارد ضد سوسة القمح، فضلاً عن تأثيره على إنبات الحبوب. أظهرت النتائج أن مردود استخراج الزيت الأساسي بلغ 3.06%، كما كشف التحليل الكيميائي النباتي عن وجود مركبات نشطة بيولوجيًا مثل الفلافونويدات، التانينات، الليكوانثوسيانينات، الستيرويدات والتربينويدات. علاوة على ذلك، أظهر الزيت الأساسي نشاطًا قويًا مضادًا للأكسدة ونشاطًا حشريًا ملحوظًا ضد معدلات وفيات بلغت 92.5% بالتبخير و95% بالابتلاع، مصحوبة بتأثير طارد، مع الحفاظ على نسبة إنبات مرتفعة بلغت 99%. في المقابل، لم يُلاحظ أي نشاط مضاد للبكتيريا أو الفطريات ضد السلالات المختبرة. وفي الختام، يُعد زيت قشور البرتقال الأساسي مبيدًا حيويًا طبيعيًا واعدًا وأمنًا لحماية الحبوب المخزنة، بفضل خصائصه المضادة للأكسدة والمبيدة والطاردة للحشرات.

كلمات مفتاحية: البرتقال الحلو، الفحص الكيميائي النباتي، النشاط المضاد للأكسدة، النشاط المضاد للميكروبات، النشاط الحشري، سوسة الحبوب.

INTRODUCTION

1. Introduction

Le blé *Triticum aestivum* L. représente l'une des cultures céréalières les plus stratégiques à l'échelle mondiale, tant par son importance économique que par sa contribution essentielle à la sécurité alimentaire internationale. Cultivé sur environ 220 millions d'hectares, avec une production annuelle avoisinant 778 millions de tonnes, il constitue une ressource nutritionnelle majeure pour une large part de la population mondiale. Sa grande plasticité écologique, notamment son adaptation aux régions tempérées caractérisées par des cycles culturaux relativement courts, associée à son rendement élevé et à ses qualités technologiques pour la panification, confère à cette espèce une valeur agronomique, économique et sociale considérable (Sikandar et al., 2024 ; Nyaupane et al., 2024).

Malgré cette importance stratégique, la conservation post-récolte du blé demeure fortement compromise par de nombreuses contraintes biologiques, en particulier les infestations par les insectes ravageurs des denrées stockées, responsables de pertes quantitatives et qualitatives substantielles, notamment dans les pays en développement (Yaseen et al., 2019). Parmi ces ravageurs, *Sitophilus granarius* (Coleoptera : *Curculionidae*), communément désigné sous le nom de charançon du blé, figure parmi les principaux insectes primaires responsables de la dégradation des céréales stockées. Son développement endophage, caractérisé par la pénétration et le développement larvaire à l'intérieur même du grain, engendre des dommages souvent imperceptibles visuellement mais économiquement sévères (Bell, 2014 ; Lemic et al., 2020). Son impact est particulièrement marqué sur les céréales de petite taille, telles que le blé et le riz, où il altère significativement la qualité marchande ainsi que la viabilité des stocks (Athanassiou et al., 2017 ; Sakka et al., 2023).

Traditionnellement, la lutte contre ces ravageurs repose principalement sur l'utilisation intensive d'insecticides chimiques de synthèse, notamment les composés organophosphorés et les fumigants. Bien que ces substances aient initialement démontré une efficacité significative, leur usage prolongé a engendré plusieurs problématiques majeures, notamment l'émergence de résistances physiologiques chez les populations d'insectes ciblés, la résurgence des infestations, ainsi que l'accumulation préoccupante de résidus toxiques dans les denrées alimentaires et l'environnement (Taylor, 1994 ; Hagstrum & Phillips, 2017 ; Parkash et al., 2023). De plus, plusieurs populations de *S. granarius* ont développé des résistances documentées à diverses molécules conventionnelles, telles que le malathion, la deltaméthrine, le fénitrothion et la phosphine, compromettant davantage l'efficacité et la

durabilité de ces stratégies de contrôle Taylor, 1994 ; Hagstrum & Phillips, 2017 ; Parkash et al., 2023).

Dans cette perspective, l'identification de solutions alternatives écologiquement durables et biologiquement sûres constitue désormais une priorité scientifique majeure. Les huiles essentielles d'origine végétale apparaissent comme des biopesticides particulièrement prometteurs, en raison de leur biodégradabilité, de leur faible toxicité vis-à-vis des organismes non ciblés, ainsi que de leur richesse en métabolites secondaires bioactifs dotés de propriétés insecticides, antifongiques, antibactériennes et antioxydantes (Isman et al., 2011 ; Mossa, 2016 ; Chaudhari et al., 2021). De nombreuses études ont démontré leur fort potentiel dans la lutte contre divers insectes vecteurs ou ravageurs agricoles (Bouzidi et al., 2020 ; Guenez, 2020 ; Hafsi et al., 2022 ; Guettal et al., 2020 ; Bendjedid et al., 2021 ; Sayada et al., 2022 ; Tine et al., 2023 ; Tine-Djebbar et al., 2023 ; Tine et al., 2024). Leur polyvalence biologique et leur compatibilité environnementale en font des candidats de choix dans le cadre des programmes intégrés de gestion durable des ravageurs des stocks.

Parmi les ressources végétales les plus prometteuses, les huiles essentielles issues des agrumes, notamment de *Citrus sinensis* (L.) Osbeck, suscitent un intérêt croissant. Principalement extraites des écorces et des feuilles, ces huiles se distinguent par une composition chimique riche en monoterpènes et autres composés volatils biologiquement actifs, responsables de leurs propriétés insecticides, antimicrobiennes et antifongiques remarquables (Mahdi & Behnam, 2018). Plusieurs travaux ont mis en évidence leur efficacité contre différents ravageurs des denrées stockées, contribuant ainsi à la réduction des pertes post-récolte et à l'amélioration de la conservation des grains (Demeter et al., 2021 ; Gowtham et al., 2019). Leur activité inhibitrice à l'égard de microorganismes pathogènes tels qu'*Escherichia coli* et *Aspergillus flavus* souligne également leur potentiel multifonctionnel dans la protection intégrée des systèmes de stockage (Anwar et al., 2023).

Parallèlement, à l'échelle mondiale, les antibiotiques ont profondément transformé la médecine moderne en assurant le contrôle de nombreuses maladies infectieuses. Toutefois, leur utilisation massive et parfois inappropriée a favorisé l'émergence d'une résistance bactérienne croissante, devenue aujourd'hui un enjeu majeur de santé publique. Cette problématique a profondément réorienté les axes de recherche scientifique vers l'étude de l'antibiorésistance et la recherche d'alternatives thérapeutiques innovantes (Laibi & Zaouani, 2023). Parmi les agents pathogènes les plus préoccupants, *Staphylococcus aureus* multirésistant constitue une menace prioritaire reconnue par l'Organisation mondiale de la

santé. Dans ce contexte, les molécules bioactives d'origine végétale, et plus particulièrement les huiles essentielles, apparaissent comme des alternatives thérapeutiques particulièrement prometteuses grâce à la diversité de leurs mécanismes d'action, à leurs effets synergiques et à leur faible capacité à induire des résistances microbiennes (Amal et al., 2024).

La présente étude a été réalisée dans le but de : (1) déterminer la composition chimique de l'huile essentielle de *Citrus sinensis* récoltée dans la région d'Annaba (Nord-Est algérien) ; (2) évaluer son activité antioxydante à travers le test de piégeage du radical libre 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH), en déterminant les concentrations inhibitrices médianes (IC50) ; (3) examiner son potentiel antimicrobien vis-à-vis de certaines souches bactériennes ainsi que d'une souche fongique ; (4) apprécier son efficacité insecticide contre *Sitophilus granarius*, insecte ravageur d'importance agricole ; et (5) évaluer son impact sur le pouvoir germinatif du blé.

MATERIEL ET METHODES

2.MATERIEL ET METHODES

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

Sitophilus granarius (Linné, 1758), coléoptère appartenant à la famille des Curculionidae, est identifié comme l'un des principaux ravageurs primaires inféodés aux denrées stockées (Mew & Misra, 1994). Ce taxon se distingue morphologiquement par un rostre rigide et proéminent, structure céphalique sur laquelle s'insèrent latéralement les antennes coudées. En tant qu'agent de dégradation biotique, il exerce une pression d'infestation majeure sur une large gamme de caryopses de céréales (Navarro & Noyes, 2001). L'imago présente un habitus de forme ovoïde avec une pigmentation cuticulaire brun foncé à noire. D'une longueur standard d'environ 4 mm, son anatomie est caractérisée par des appendices locomoteurs allongés et un appareil buccal de type broyeur situé à l'extrémité distale d'un rostre hautement différencié (Gerozisis et al., 2008). Sa longévité imaginale est notable, sa survie pouvant s'étendre sur une période de 7 à 8 mois au sein des écosystèmes de stockage (Hagstrum et al., 2012). Le potentiel reproducteur de l'espèce est significatif, la femelle affichant une fécondité moyenne de 250 œufs sur l'ensemble de son cycle de vie (Bailey, 2007). L'optimisation de son développement ontogénique est étroitement corrélée à des variables environnementales spécifiques : les cinétiques de croissance atteignent leur maximum sous un thermotropisme de 30 °C et une hygrométrie relative saturée à environ 70 % (Mason & McDonough, 2012)

Tableau 01 :La classification systématique du charançon du blé

Règne	Animalia
Embranchement	Arthropoda
Classe	Insecta
Ordre	Coleoptera
Famille	Curculionidae
Genre	<i>Sitophilus</i>
Espèce	<i>Sitophilus granarius</i> (Linné ,1758)

2.2. Collecte et élevage des ravageurs

L'étude s'est focalisée sur les stades imagos de *Sitophilus granarius* (L.), choisis pour leur statut de bio-agresseurs primaires générant des pertes économiques substantielles au sein des stocks céréaliers. La souche parentale provient de l'Office Algérien Interprofessionnel des Céréales (OAIC) de l'unité d'ElAouinet (Wilaya de Tébessa)

L'ontogénèse et la maintenance de la colonie ont été conduites au sein du Laboratoire de Biologie Animale de l'Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi selon les modalités suivantes :

- Les individus ont été introduits dans des enceintes en verre d'une capacité de 2 L, contenant un substrat de blé dur (*Triticum durum*) certifié indemne de toute infestation préalable et exempt de résidus de traitements pesticides.
- Afin de prévenir toute évasion tout en garantissant un homéostat gazeux optimal, les récipients ont été obturés par une toile de type tulle fixée par des dispositifs élastiques.
- La cinétique de développement a été stabilisée sous des conditions abiotiques contrôlées, caractérisées par une température constante de 30 °C et une hygrométrie relative de 70 %, correspondant aux optima écophysiologiques de l'espèce.

Pour garantir la reproductibilité des bio-essais, seuls les adultes néonataes (fraîchement émergés) ont été sélectionnés. Un suivi phénologique quotidien a été instauré afin de s'assurer de la vigueur de la souche et de la synchronisation des stades de développement nécessaires aux protocoles expérimentaux ultérieurs.

2.3. Matériel végétal et préparation

2.3.1. Présentation de la plante du *Citrus sinensis* (Osbeck ,1765)

Les fruits d'orange *Citrus sinensis* ,ont été collectés à partir de sources locales situées à Aïn Zerga et Bir El Ater (wilaya de Tébessa, Algérie), provenant initialement de la wilaya d'Annaba. Les fruits ont été soigneusement lavés à l'eau courante afin d'éliminer les

impuretés, puis épluchés manuellement. Les écorces ont été séparées des autres parties du fruit et séchées à température ambiante dans un endroit sec et bien aéré, à l'abri de la lumière directe, jusqu'à obtention d'un matériel végétal sec.

-La position systématique des agrumes est connue selon Osbeck ,1765 :

Règne	plantae
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Sapindales
famille	Rutaceas
Genre	<i>Citrus</i>
Ordre	Sapindales
Famille	Rutaceae
Espèces	<i>Citrus sinensis</i> Osbeck ,1765



Figure 04 : Préparation des écorces d'orange.

2.3.2. L'extraction de l'huile essentielle

L'extraction de l'huile essentielle à partir des écorces d'orange a été réalisée par hydrodistillation. Pour cela, 100 g d'écorces d'orange ont été placés dans un ballon d'une capacité de 2 L, auquel 1000 ml d'eau distillée ont été ajoutés. Le mélange a ensuite été chauffé progressivement jusqu'à une température proche de 100 °C, et le processus de distillation a été maintenu pendant 2 à 3 heures. Durant cette étape, les vapeurs chargées de composés aromatiques ont été entraînées puis condensées afin d'obtenir un mélange biphasique eau/huile essentielle. Le distillat recueilli a été soumis à une séparation rigoureuse des phases, permettant l'isolement de la fraction huileuse de la phase aqueuse par décantation. L'huile essentielle obtenue a ensuite été traitée par dessiccation à l'aide de sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4) pour l'élimination des résidus d'humidité susceptibles d'altérer sa stabilité physicochimique et sa qualité analytique. Ce dernier a été calculé selon les protocoles méthodologiques standardisés décrits par Mawussi (2008) et Tchoumboungang et al. (2009).

2.4. Traitement et Bioessais**2.4.1. Toxicité des adultes par fumigation**

À l'issue d'un screening préliminaire, les huiles essentielles (HEs) extraites des écorces d'orange ont été évaluées à différentes concentrations afin de déterminer leur efficacité insecticide. Pour les concentrations testées étaient de 125, 160, 185 et 210 $\mu\text{l/l}$ d'air. Chaque traitement a été administré sur des disques de papier filtre de 2 cm de diamètre, conformément au protocole expérimental décrit par Papachristos et Stampoulos (2004). Les essais ont été conduits dans des récipients plastiques de 65 ml contenant chacun 3 g de grains de blé sains. Les lots non exposés aux huiles essentielles ont constitué le groupe témoin. Pour chaque concentration et chaque série expérimentale, quatre répétitions de 10 individus ont été réalisées afin d'assurer la robustesse statistique des résultats. L'évaluation de la mortalité des adultes a été effectuée après 1h, 3h, 6h, 12h, 24h, 48h et 72 heures d'exposition. Les taux de mortalité obtenus ont ensuite été corrigés selon la formule d'Abbott (1925) afin de neutraliser la mortalité naturelle observée chez les témoins. Enfin, les concentrations létales CL25 et CL50 ont été déterminées par analyse statistique à l'aide du logiciel GraphPad Prism 7.

2.4.2. Test de répulsion (zone préférentielle)

L'activité répulsive a été étudiée en se basant sur la méthode de McDonald *et al.* (1970), dite la méthode de la zone préférentielle. Des cercles (9 cm de diamètre) de papier filtre sont coupés en deux demi-disques. Les concentrations de 10 , 20, 40 et 80 µl/ml sont diluées dans de l'acétone. On applique 500µl du traitement sur une moitié du papier et 500µl du solvant sur l'autre moitié. Après séchage des deux demi-disques, le disque reconstitué est placé dans une boîte de pétri. Après le dépôt de dix adultes au centre de chaque boîte (fig7) et après 10min, 20min et 30min, les larves sont comptées sur les demi-disques, témoin (NT) et traité (NTr). Le pourcentage de répulsion (PR) est calculé comme suit :

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

NC : Nombre d'insectes au niveau de la partie témoin.

NT : Nombre d'insectes au niveau de la partie traitée.

Tableau02 : Le classement des PR se fait selon Me Donald et al .(1970)

Classes	Intervalles de répulsion	propriétés
0	$PR \leq 0,01\%$	Très peu répulsif
I	$0,1\% < PR \leq 20\%$	Légèrement répulsif
II	$20\% < PR \leq 40\%$	Modérément répulsif
III	$40\% < PR \leq 60\%$	Moyennement répulsif
IV	$60\% < PR \leq 80\%$	Répulsif
V	$80\% < PR \leq 100\%$	Très répulsif

2.4.3. Test d'ingestion

Après un préalable screening, les huiles de *C.sinensis* dissous dans l'acétone ont été appliquées à différentes concentrations pour l'écorce (2, 4, 8 et 16 µl/ml) sur le blé sain (3g) dans des pots en plastique (Fig 08) Le solvant a subi une évaporation totale pendant 15min et 10 individus de *S. granarius* sont introduites dans les pots. L'essai toxicologique a été conduit avec quatre répétitions pour chaque concentration appliquée. Les témoins sont traités exclusivement avec un solvant (acétone). Les mortalités sont enregistrées à 1h, 12 h, 24 h et 48 h puis corrigées (Abbott, 1925). Les valeurs des CL25 et CL50 ont été calculées grâce à un logiciel GRAPHPAD PRISM7.

2.5. Test de germination

Les HEs testées de *C.sinensis* ont été appliquées par ingestion à différentes concentrations (2, 4, 8 et 16 µl/l d'air. 10 adultes de *S. granarius* ont été relâchées dans chaque pot en plastique contenant 3g de graines de blé. Ce test a été réalisé en 16 répétitions et maintenu pendant 10 jours (Fig.09). La viabilité des grains témoins et traités a été testée en utilisant des boîtes de Pétri stériles contenant une couche de coton. 10 ml d'eau distillée étaient utilisés pour humidifier les grains et le dispositif est placé sur la pailasse du laboratoire où il était exposé à la lumière. Après 10 jours, le taux de germination a été déterminé pour toutes les séries traitées et témoins selon la formule suivante (ISTA, 1985):

$$\text{Taux de germination (\%)} = (\text{Nombre de grains germés} / 30) \times 100$$

2.6. Analyse phytochimique

Le criblage phytochimique qualitatif du matériel végétal a été réalisé conformément aux protocoles analytiques décrits par Harborne (1998), dans le but d'identifier la présence des principaux métabolites secondaires bioactifs, notamment les saponines, flavonoïdes, leucoanthocyanes, anthocyanes, terpènes, tanins et stérols. Cette approche repose sur une série de réactions spécifiques de coloration ou de précipitation, permettant une détection préliminaire fiable des différentes classes phytochimiques présentes dans les extraits végétaux.

Ainsi, la mise en évidence des flavonoïdes a été effectuée par le test à la soude, caractérisé par l'apparition d'une coloration distinctive ; les saponines ont été identifiées par le test de l'indice de mousse, basé sur leur capacité tensioactive ; les tanins ont été révélés par réaction au chlorure ferrique, induisant une coloration spécifique ; tandis que les terpènes ont été mis en évidence par la réaction de Liebermann-Burchard, utilisant l'anhydride acétique en présence d'acide sulfurique concentré. L'ensemble de ces analyses permet d'établir un profil phytochimique préliminaire de l'espèce étudiée, constituant une étape essentielle dans l'évaluation de son potentiel biologique et pharmacologique (fig10)

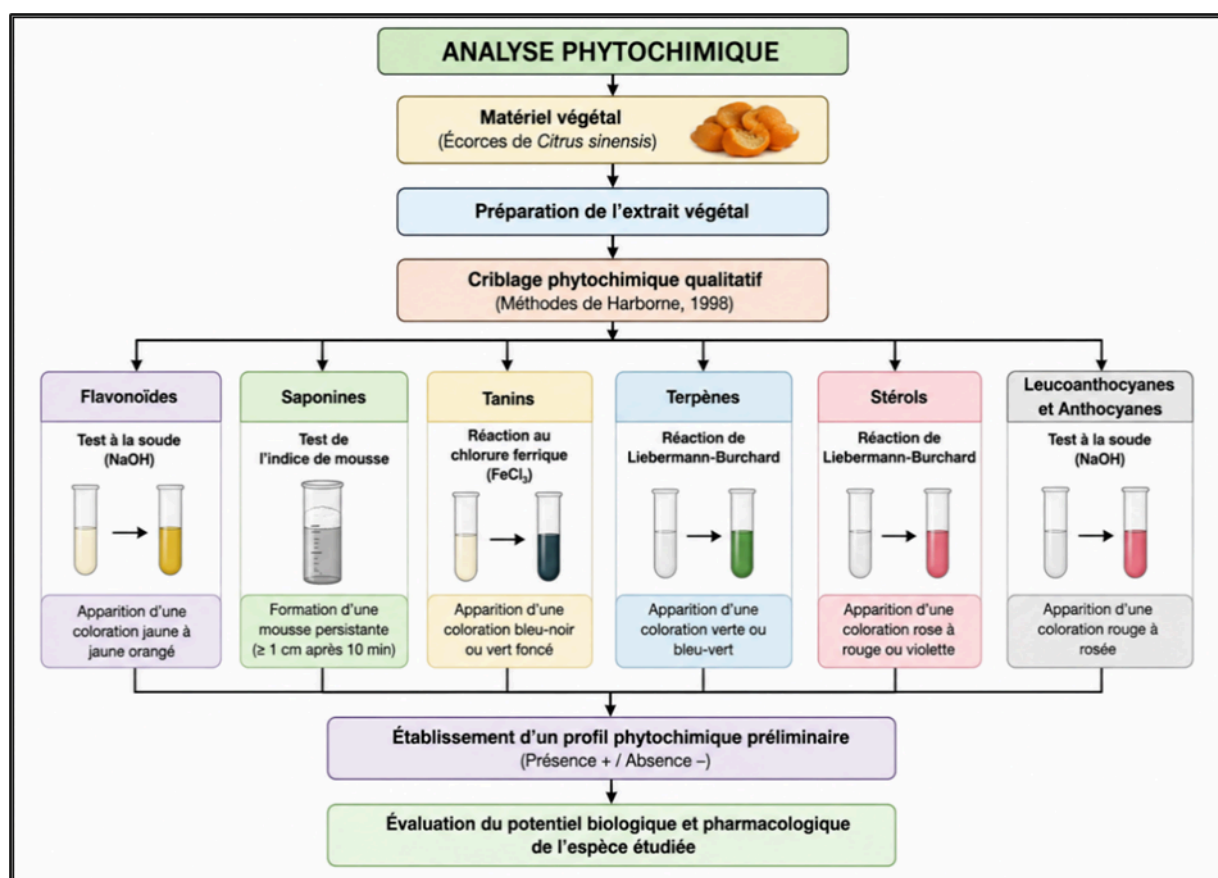


Figure10 : Méthodologie de détection qualitative des principaux métabolites secondaires dans les extraits de Citrus sinensis

2.6.1. Recherche des flavonoïdes et leucoanthocyanes

L'identification qualitative des flavonoïdes a été réalisée selon une réaction colorimétrique spécifique fondée sur l'interaction des composés phénoliques avec l'hydroxyde de sodium (NaOH), l'acide chlorhydrique concentré (HD) et les copeaux de magnésium (Mg), permettant ainsi la mise en évidence des différentes sous-classes flavonoïdiques présentes dans l'extrait végétal. Par ailleurs, une réaction analogue conduite au bain-marie, en l'absence

de magnésium, favorise l'apparition d'une coloration rouge caractéristique, indiquant spécifiquement la présence de leucoanthocyanes.

Sur le plan expérimental, 5 g d'écorces préalablement broyées ont été soumises à une infusion dans 50 ml d'eau distillée pendant 30 minutes, afin d'extraire les composés hydrosolubles. Après filtration, des aliquotes de 2 ml du filtrat ont été transférées dans des tubes à essai, avec trois répétitions réalisées pour assurer la fiabilité analytique. À chaque échantillon ont ensuite été ajoutés successivement 1 ml de NaOH, 1 ml d'eau distillée, 1 ml d'HCl concentré ainsi que des copeaux de magnésium, déclenchant les réactions chromatiques nécessaires à l'identification.

La présence de flavonoïdes est confirmée par l'apparition de colorations variées allant du rouge au jaune rougeâtre, en passant par le rouge violacé, le violet foncé, le bleu, le jaune ou le rose. Ces différentes teintes reflètent la diversité structurale des flavonoïdes détectés, incluant notamment les anthocyanes, flavones, flavonols, flavanones, isoflavones et leucoanthocyanes, fournissant ainsi une caractérisation qualitative approfondie du profil flavonoïdique de l'espèce étudiée

2.6.2. Recherche des quinones

L'identification qualitative des quinones a été réalisée par une méthode colorimétrique spécifique fondée sur leur réactivité en milieu alcalin, notamment en présence d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 10 %. Cette réaction se manifeste par l'apparition d'une coloration caractéristique évoluant progressivement du rouge au violet, constituant un indicateur fiable de la présence de composés quinoniques dans l'échantillon végétal.

Sur le plan expérimental, 5 g de matériel végétal ont été préalablement traités avec quelques gouttes d'acide chlorhydrique (HCl), puis soumis à une macération pendant 24 heures dans 10 ml d'éther de pétrole, afin de favoriser l'extraction sélective des composés ciblés. Après filtration, un volume de 2 ml du filtrat obtenu a été prélevé et mis en contact, sous agitation, avec 2 ml d'une solution de NaOH à 10 %.

L'apparition d'une coloration rouge évoluant progressivement vers des nuances violettes a été interprétée comme une réaction positive, confirmant ainsi la présence de quinones dans

l'extrait analysé. Cette méthode constitue une approche analytique simple et efficace pour le dépistage préliminaire des métabolites quinoniques dans les études phytochimiques.

2.6.4. Recherche des saponines

Une mousse persistante se forme dans les solutions contenant des saponines après avoir été agitées, et la hauteur de cette mousse peut être mesurée. Dans un Erlen-Meyer, on mélange 5 g de matériel végétal trituré avec 50 ml d'eau distillée, puis on effectue une décoction pendant une durée de 30 minutes. Après filtration et refroidissement, 5 ml du décocté sont prélevés et introduits dans un tube à essai. Lorsque la mousse est faible, le décocté est testé en utilisant un mélange contenant le même volume d'acide sulfurique (H_2SO_4) 1N et de chromate de potassium (K_2CrO_3) à 10 %.

2.6.5. Recherche des tanins

En présence de chlorure ferrique (FeCl_3) à 1 %, les extraits aqueux contenant des tanins produisent des précipités dont la coloration varie du bleu-vert au bleu foncé ou au vert. Pour cette analyse, 5 g de matériel végétal sont infusés dans 50 ml d'eau bouillante pendant 30 minutes. Après filtration, 2 ml de l'infusé sont transférés dans un tube à essai, puis quelques gouttes de solution de FeCl_3 à 1 % sont ajoutées. L'apparition d'une coloration ou d'un précipité indique la présence de tanins catéchiques. Pour la mise en évidence des tanins galliques, 2 ml supplémentaires de l'infusé sont placés dans un tube à essai contenant une solution saturée d'acétate de sodium, puis quelques gouttes de FeCl_3 y sont incorporées. La formation d'un précipité confirme alors la présence de tanins galliques.

2.6.6. Recherche des terpénoïdes et des stéroïdes

L'identification des stéroïdes repose sur l'utilisation du réactif de Liebermann-Burchard, qui permet de révéler leur présence dans les extraits organiques étherés par l'apparition de colorations caractéristiques variant du mauve au vert. La recherche des terpénoïdes s'effectue selon un principe similaire, en utilisant le réactif de Hirschson (acide trichloracétique), dont l'ajout entraîne une coloration jaune évoluant vers le rouge, témoignant de leur présence.

Dans le protocole expérimental, 1 g de matériel végétal est soumis à une macération pendant 24 heures dans de l'éther de pétrole ou du benzène. Après filtration, le solvant est évaporé, puis le résidu obtenu est repris dans 1 ml de chloroforme, auquel sont ajoutés 1 ml d'anhydride acétique et 3 gouttes d'acide sulfurique concentré. L'apparition d'une coloration

violette se transformant progressivement en vert, avec une stabilisation après environ 30 minutes, confirme la présence de stéroïdes.

2.7. Activité antioxydant (test DPPH)

2.7.1. Test de piégeage du radical libre DPPH

Cette méthode repose sur la préparation d'une solution de DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) en dissolvant 2,4 mg de DPPH dans 100 ml de méthanol. Différentes concentrations de l'huile essentielle (HE) de l'écorce d'orange (50, 100, 150 et 200 µg/ml) sont ensuite testées. Pour chaque essai, 25 µl d'HE ou d'acide ascorbique (utilisé comme référence antioxydante) sont mélangés à 975 µl de solution de DPPH, puis incubés à l'obscurité pendant 30 minutes. Le témoin négatif est constitué de méthanol associé à la solution de DPPH, tandis que le témoin positif contient un antioxydant standard.

Les absorbances sont mesurées à 517 nm selon la méthode décrite par Mansouri et al. (2005). Le pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH (I %) est calculé à l'aide de la formule suivante :

$$I\% = [(Abs\ témoin - Abs\ échantillon) / Abs\ témoin] \times 100$$

La concentration inhibitrice à 50 % (IC₅₀), également appelée concentration efficace 50 (EC₅₀), correspond à la concentration de l'échantillon nécessaire pour neutraliser 50 % des radicaux DPPH. Elle est déterminée graphiquement par extrapolation à partir de la courbe représentant les pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations testées de l'huile essentielle (Torres et al., 2006).

2.8. Evaluation de l'activité antibactérienne

Les souches bactériennes qui ont été utilisées dans notre recherche proviennent des souches pures ; L'HE a été évaluée sur 3 bactéries et une levure présentée (tableau 02)

Tableau 03 : Différent souches microbiennes utilisé ainsi que leurs provenances

Souches	Micro-organismes	Gram	Références
Bactéries	<i>pseudomonas aeruginosa</i>	positif	Souches pathogènes
	<i>Sterptococae épidermidis</i>		
	<i>E.coli</i>	négative	
Levure	<i>Candida albicans.</i>		

2.8.1. Préparation de l'inoculum bactérien

Pour obtenir des cultures bactériennes fraîches ainsi que des colonies bien isolées, les souches à étudier sont ensemencées sur des boîtes de Pétri contenant de la gélose nutritive (GN) ou tout autre milieu de culture approprié, puis incubées à 37 °C pendant 24 heures.

Après incubation, quelques colonies distinctes et bien séparées sont prélevées puis suspendues dans 5 ml de sérum physiologique stérile. La suspension bactérienne est ensuite homogénéisée par agitation vigoureuse afin d'obtenir une concentration cellulaire comprise entre 10^6 et 10^7 germes/ml. Les micro-organismes testés sont ainsi préparés et cultivés dans le milieu de culture spécifique adapté à chaque souche, conformément à la méthode décrite par Attou (2017).

2.8.2. Méthode de diffusion par disques

Selon les recommandations du NCCLS (2001), l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle (HE) a été évaluée par la méthode de diffusion sur disque. Pour cela, 100 µl de suspension microbienne ont été utilisés, avec une concentration de 2×10^8 UFC/ml pour les bactéries et de 1 à 5×10^6 UFC/ml pour *Candida albicans*.

Les milieux de culture stériles, à savoir la gélose Mueller-Hinton pour les bactéries et la gélose Sabouraud pour la levure, ont été coulés dans des boîtes de Pétri stériles de 9 cm de diamètre. Après solidification, les surfaces ont été ensemencées avec les souches microbiennes à tester. Des disques de papier filtre stériles de 6 mm de diamètre, imprégnés de 10 ou 15 µl d'huile essentielle, ont ensuite été déposés à la surface des milieux gélifiés (fig.13).

Les boîtes ont été maintenues pendant 2 heures à 4 °C afin de permettre la diffusion de l'huile essentielle, puis incubées dans les conditions appropriées :

- à 37 °C pendant 24 heures pour les bactéries ;
- à 30 °C pendant 24 à 48 heures pour *Candida albicans*.

L'activité antimicrobienne a été déterminée par la mesure du diamètre des zones d'inhibition, exprimé en millimètres (mm), autour des disques (Attou, 2017). Chaque essai a été réalisé en triplicat afin d'assurer la fiabilité des résultats.

Méthode de disque. Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle des écorces d'orange.

-D'après la mesure de Ponce *et al.* (2003), l'huile essentielle est classée comme suit :

- HE sans activité (-) : si le diamètre d'inhibition est inférieur à 8 mm
- HE fonctionnelle (+) : $9 < \text{diamètre} < 14$ mm
- HE très fonctionnelle (++) : $15 < \text{diamètre} < 19$ mm
- HE extrêmement fonctionnelle (+++) : si le diamètre est supérieur à 20 mm.

RESULTATS

DISCUSSION

CONCLUSION

Conclusion et perspective

Notre étude vise à évaluer le potentiel biologique des huiles essentielles extraites des écorces de *Citrus sinensis*, à travers l'analyse de leurs propriétés phytochimiques et antioxydantes, ainsi que de leurs activités insecticide et antimicrobienne.

Les huiles essentielles obtenues se présentent sous forme d'un liquide incolore, caractérisé par une odeur fraîche, fruitée et légèrement acidulée. Le rendement d'extraction a été estimé à 3,06 % de la matière sèche.

L'analyse phytochimique a révélé la présence de plusieurs composés bioactifs, notamment les flavonoïdes, les leucoanthocyanes, ainsi que les tanins galliques et catéchiques, susceptibles d'être responsables des différentes activités biologiques observées.

L'activité antioxydante, évaluée par le test DPPH, a montré un effet dose-dépendant. L'huile essentielle de *Citrus sinensis* a présenté une activité notable avec une valeur d'IC₅₀ de 105,91 µg/mL, traduisant une activité antioxydante significative.

Les résultats ont montré que les huiles essentielles exercent une toxicité importante contre *Sitophilus granarius*, aussi bien par fumigation que par ingestion, avec une augmentation du taux de mortalité en fonction de la concentration et de la durée d'exposition. Des niveaux élevés d'efficacité ont été observés aux fortes doses. Les valeurs létales CL₂₅ et CL₅₀ ont été déterminées à partir des courbes dose-réponse.

Les tests comportementaux ont mis en évidence un effet répulsif croissant avec l'augmentation de la concentration, indiquant une forte activité répulsive contre cet insecte.

Concernant le test de germination, aucune phytotoxicité n'a été observée, avec des taux de germination élevés atteignant 99 % à une concentration de 16 µL de l'huile essentielle.

L'activité antimicrobienne a été évaluée contre *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* et *Pseudomonas aeruginosa*, ainsi que contre le champignon *Candida albicans*. Aucun effet inhibiteur n'a été observé dans les conditions expérimentales utilisées.

Enfin, cette étude recommande :

- L'identification des composés responsables des activités biologiques et l'étude de leurs effets synergiques
- L'évaluation d'autres activités biologiques potentielles, telles que les propriétés anti-inflammatoires.

- L'étude de l'utilisation de cette huile essentielle dans la protection durable des denrées stockées contre les ravageurs.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques (Style APA)

A

Abdel Samad, R., El Darra, N., Al Khatib, A., Hoteit, M., Sacchi, R., Santonicola, S., & Mazzarrino, G. (2023). *Novel dual-function GC/MS aided ultrasound-assisted hydrodistillation for the valorization of Citrus sinensis by-products: Phytochemical analysis and anti-bacterial activities.* Scientific Reports, 13(1), 12547.

Adjou, E. S., Dahouenon-Ahoussi, E., Soumanou, M. M., & Sohounhloue, D. C. K. (2019). Biological control of stored-product insects using essential oils: A review. International Journal of Food Science and Biotechnology, 4(2), 21–30.

Ahmad, P., Alyemeni, M. N., Wijaya, L., Alam, P., Ahanger, M. A., & Ashraf, M. (2022). Seed priming and biostimulants improve germination, growth and stress tolerance in wheat plants. Plants, 11(9), 1187. <https://doi.org/10.3390/plants11091187>

Ait-Ouazzou, A., Cherrat, L., Espina, L., Lorán, S., Rota, C., & Pagán, R. (2021). The antimicrobial activity of hydrophobic essential oil constituents acting alone or in combined processes of food preservation. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 45, 177–188. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2017.04.004>

Ali, A. S., Elozeiri, A. A., & Elgimabi, M. N. (2021). Seed priming and phytohormonal regulation of seed germination under stress conditions. South African Journal of Botany, 140, 18–27. <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2021.03.021>

Alobidy, A., & Abdulsalaam, S. (2024). The effect of using some extraction techniques on the physical and chemical properties of essential oils of citrus peels. NTU Journal of Agriculture and Veterinary Science.

Anwar, T., Qureshi, H., Fatima, A., Sattar, K., Albasher, G., Kamal, A., ... & Zaman, W. (2023). Citrus sinensis peel oil extraction and evaluation as an antibacterial and antifungal agent. Microorganisms, 11(7), 1662.

Aruoma, O. I., Bahorun, T., & Jen, L. S. (2020). Neuroprotection by bioactive components in medicinal and food plant extracts. Mutation Research/Fundamental and Molecular

Mechanisms of Mutagenesis, 544(2–3), 203–215.
[https://doi.org/10.1016/S1383-5742\(03\)00011-1](https://doi.org/10.1016/S1383-5742(03)00011-1)

Athanassiou, C. G., Kavallieratos, N. G., & Campbell, J. F. (2017). Competition of three species of *Sitophilus* on rice and maize. *PLoS One*, 12(3), e0173377.

B

Bailey, P. T. (Ed.). (2007). Ravageurs des grandes cultures et des pâturages: identification et contrôle. Éditions CSIRO.

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

Bassolé, I. H. N., & Juliani, H. R. (2012). Essential oils in combination and their antimicrobial properties. *Molecules*, 17(4), 3989–4006.
<https://doi.org/10.3390/molecules17043989>

Bell, C. H. (2014). Food safety assurance systems: infestation management in food production premises.

Benali, M., Bouguerra, A., & Amrouche, T. (2023). Evaluation of polar extracts and phenolic profiles of citrus by-products: Investigation of their antibacterial and radical scavenging activities. *Journal of Food Science and Technology*, 60(4), 1120–1129.

Benziane, H., & Tazi, R. (2024). Volatile profiling and antioxidant mechanisms of citrus peel essential oils: A comparative study. *Phytochemistry Letters*, 59, 45–52.

Bewley, J. D., Bradford, K. J., Hilhorst, H. W. M., & Nonogaki, H. (2021). Seeds: Physiology of development, germination and dormancy (4th ed.). Springer.
<https://doi.org/10.1007/978-1-4939-9744-7>

Blois, M. S. (1958). Antioxidant determinations by the use of a stable free radical. *Nature*, 181(4617), 1199–1200. <https://doi.org/10.1038/1811199a0>

Bora, H., Kamle, M., Mahato, D. K., Tiwari, P., & Kumar, P. (2020). Citrus essential oils (CEOs) and their applications in food: An overview. *Plants*, 9(3), 357.
<https://doi.org/10.3390/plants9030357>

Boughendjioua, H., & Djeddi, S. (2017). Phytochimique et potentiel antioxydant des extraits de peaux de *Citrus sinensis*. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, 6(3), 214–219.

REFERENCES BBIBLIOGRAPHIQUES

Bozova, B., Gölükcü, M., & Turgutoğlu, E. (2024). The effect of hydrodistillation times and cold pressing on yield and composition of sweet orange (*Citrus sinensis*) peel essential oil. *Horticultural Studies*, 41(1), 22–27. <https://doi.org/10.16882/hortis.1417575>

Budiarto, R., Putri, A., & Widodo, S. (2024). Antioxidant properties and phytochemical profiles of Citrus essential oils extracted under different conditions. *Chemical and Biological Technologies in Agriculture*, 11, 67. <https://doi.org/10.1186/s40538-024-00621>

Burt, S. A. (2004). Essential oils: Their antibacterial properties and potential applications in foods—A review. *International Journal of Food Microbiology*, 94(3), 223–253. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2004.03.022>

Burt, S., & Voets, M. (2022). Essential oils and their antibacterial mechanisms against pathogenic bacteria. *International Journal of Food Microbiology*, 375, 109728. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2022.109728>

C

Calvo, P., Nelson, L., & Kloepper, J. W. (2014). Agricultural uses of plant biostimulants. *Plant and Soil*, 383(1–2), 3–41. <https://doi.org/10.1007/s11104-014-2131-8>

Campolo, O., Cherif, A., Ricupero, M., Siscaro, G., Grissa-Lebdi, K., Russo, A., & Palmeri, V. (2021). Citrus essential oils as promising botanical insecticides and repellents against stored-product pests. *Insects*, 12(4), 320. <https://doi.org/10.3390/insects12040320>

D

Demeter, S., Lebbe, O., Hecq, F., Nicolis, S. C., Kenne Kemene, T., Martin, H., ... & Hance, T. (2021). Insecticidal activity of 25 essential oils on the stored product pest, *Sitophilus granarius*. *Foods*, 10(2), 200.

Dosoky, N. S., & Setzer, W. N. (2021). Biological activities and safety of Citrus spp. essential oils. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(11), 5677. <https://doi.org/10.3390/ijms22115677>

E

El Barnossi, A., Moussaid, F., & Iraqi Housseini, A. (2022). Essential oils from aromatic and medicinal plants: Antioxidant and antimicrobial activities. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, 42, 102348. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2022.102348>

El Barnossi, A., Moussaid, F., Iraqi Housseini, A., & Fikri Benbrahim, K. (2024). Essential oils as eco-friendly alternatives for pest management: Mechanisms of action and applications. *Plants*, 13(2), 256. <https://doi.org/10.3390/plants13020256>

El Hachlafi, N., Bakrim, S., Almusallam, I. A., & Lee, L. H. (2025). Therapeutic potential and biological activities of Citrus essential oils: Recent advances and future perspectives. *Frontiers in Pharmacology*, 16, 1489652. <https://doi.org/10.3389/fphar.2025.1489652>

El-Beltagi, H. S., Mohamed, H. I., Sofy, M. R., & Aldaej, M. I. (2021). Role of natural extracts in improving seed germination, growth and biochemical characteristics of wheat under stress conditions. *Plants*, 10(9), 1827. <https://doi.org/10.3390/plants10091827>

El-Hadj, M., Bouaza, F., & Said, R. (2022). Screening of volatile compounds and antioxidant capacity of Citrus sinensis essential oils from the Mediterranean basin. *Arabian Journal of Chemistry*, 15(8), 104–113.

Etebu, E., & Nwauzoma, A. B. (2014). A review on sweet orange (*Citrus sinensis* L. Osbeck) health benefits, medicinal usages and phytochemical constituents. *International Journal of Innovation and Scientific Research*, 4(1), 33–38.

Ettoumi, K. Y., Benabderrahmane, W., & Boutekedjiret, C. (2020). Chemical composition, antimicrobial and antioxidant activities of Algerian Citrus sinensis essential oil. *Journal of Food Science and Technology*, 57(11), 4105–4113. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04808-5>

F

Fancello, F., Petretto, G. L., Zara, S., Sanna, M. L., Addis, R., Maldini, M., & Pintore, G. (2022). Chemical characterization, antioxidant activity and safety evaluation of Citrus essential oils for food and pharmaceutical applications. *Molecules*, 27(9), 2876. <https://doi.org/10.3390/molecules27092876>

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

Finch-Savage, W. E., & Bassel, G. W. (2016). Seed vigour and crop establishment: Extending performance beyond adaptation. *Journal of Experimental Botany*, 67(3), 567–591. <https://doi.org/10.1093/jxb/erv490>

G

Gerozisis, J., Hadlington, P. W., & Staunton, I. (2008). Urban pest management in Australia. UNSW Press.

Ghasemi, K., Ghasemi, Y., & Ebrahimzadeh, M. A. (2009). Antioxidant activity, phenol and flavonoid contents of 13 citrus species peels and tissues. *Pakistan Journal of Pharmaceutical Sciences*, 22(3), 277–281.

Giunti, G., Campolo, O., Laudani, F., & Palmeri, V. (2023). Botanical essential oils as sustainable tools for stored-product pest management. *Agronomy*, 13(5), 1285. <https://doi.org/10.3390/agronomy13051285>

Gomez, F., Lopez, M., & Perez, J. (2022). Extraction limits of quinone and hydrophilic structures from fruit epicarp using conventional aqueous systems. *Food Chemistry*, 371, 131–140.

González-Mas, M. C., Rambla, J. L., López-Gresa, M. P., Blázquez, M. A., & Granell, A. (2023). Biological properties and industrial applications of Citrus essential oils: Current perspectives. *Industrial Crops and Products*, 193, 116154. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2023.116154>

Gowtham, M., Shanthi, M., Kumar, S. V., & Premalatha, K. (2019). Insecticidal property of Citrus sinensis fruit waste against papaya mealybug Paracoccus marginatus. *Indian Journal of Entomology*, 81, 423–430.

Guedes, R. N. C., Smagghe, G., Stark, J. D., & Desneux, N. (2020). Pesticide-induced stress in arthropod pests for optimized integrated pest management programs. *Annual Review of Entomology*, 65, 43–62. <https://doi.org/10.1146/annurev-ento-011019-024923>

Hacib, H., Lakache, Z., Aliboudhar, H., Laassami, A., Tounssi, H., Hamil, S., & Kameli, A. (2024). Chemical composition and antioxidant and antibacterial properties of the essential oils extracted from *Citrus sinensis* peels by hydrodistillation and microwave methods. *Environmental Science and Pollution Research*, 31, 39465–39474. <https://doi.org/10.1007/s11356-023-31526-0>.

Hagstrum, D. W., Phillips, T. W., & Cuperus, G. (2012). Stored product protection. Kansas State University, Manhattan, KS. KSRE Publ.

Hassan, M. U., Aamer, M., Chattha, M. U., Haiying, T., Shahzad, B., Barbanti, L., & Nawaz, M. (2023). Essential oils and plant-derived biostimulants enhance seed germination and seedling vigor through modulation of metabolic and antioxidant pathways. *Frontiers in Plant Science*, 14, 1185632. <https://doi.org/10.3389/fpls.2023.1185632>

Hikal, W. M., Baeshen, R. S., & Said-Al Ahl, H. A. H. (2017). Botanical insecticide as simple extractives for pest control. *Cogent Biology*, 3(1), 1404274. <https://doi.org/10.1080/23312025.2017.1404274>

Hosni, K., Zahed, N., Chrif, R., Abid, I., Medfei, W., Kallel, M., Brahim, N. B., & Sebei, H. (2010). Composition of peel essential oils from four selected Tunisian *citrus* species: Evidence for the genotypic influence. *Food Chemistry*, 123(4), 1098–1104.

Hsouna, A. B., Hamdi, N., Ben Halima, N., & Abdelkafi, S. (2021). Characterization of

I

essential oil from Citrus species and evaluation of their antioxidant activities. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 15, 2015–2024. <https://doi.org/10.1007/s11694-020-00747-2>

Iqbal, S., Khan, M. N., Fatma, M., Per, T. S., & Anjum, N. A. (2024). Ecophysiological and hormonal regulation of seed germination in cereals under changing environmental conditions. *Plant Physiology Reports*, 29(1), 45–61. <https://doi.org/10.1007/s40502-024-00789-4>

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

Kandasamy, S., Khan, W., Evans, F., & Critchley, A. T. (2021). Plant-derived natural antioxidants for food and pharmaceutical applications. *Journal of Functional Foods*, 83, 104547. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2021.104547>

Karabörklü, S., & Ayvaz, A. (2023). Neurotoxic effects of plant essential oils and their constituents against insect pests. *Industrial Crops and Products*, 194, 116321. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2023.116321>

Khemais, I., Trabelsi, N., & Ben Jemâa, J. M. B. (2022). Insecticidal and repellent activities of citrus essential oils against stored-product insects. *Journal of Stored Products Research*, 98, 101985. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2022.101985>

Kouassi, K. N., Gnakri, D., & N'guessan, A. (2021). Methodological constraints and optical interferences in spectrophotometric DPPH assays of lipophilic plant extracts. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, 2021, 1–9.

Kumar, A., Singh, V., & Mishra, S. (2022). Phytochemical profiling and therapeutic potential of *Citrus sinensis* peel extracts: Recent advances. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, 148, 112–121.

Kumar, S., & Kumar, R. (2019). Evaluation of bioactive compounds in aqueous extracts of citrus peels. *International Journal of Green Pharmacy*, 13(2), 145–151.

Kumar, S., et al. (2024). Microwave-assisted extraction for citrus peel oils. *Food Chemistry*, 410, 135734.

Kumar, S., Gupta, R., & Singh, M. (2023). Natural biostimulants improve seed germination, antioxidant metabolism and early seedling growth in cereals. *Plant Physiology Reports*, 28(3), 412–425. <https://doi.org/10.1007/s40502-023-00721-5>

L

Labbafi, M., Mehrafarin, A., Qaderi, A., & Ghaderi, N. (2021). Environmental factors affecting essential oil composition and biological activity in aromatic plants. *Industrial Crops and Products*, 170, 113748. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2021.113748>

- Langeveld, W. T., Veldhuizen, E. J. A., & Burt, S. A. (2024).** Synergy between essential oil components and antibiotics: Mechanisms and implications for bacterial resistance control. *Frontiers in Microbiology*, 15, 1345821. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2024.1345821>
- Leal, W. S. (2013).** Odorant reception in insects: Roles of receptors, binding proteins, and degrading enzymes. *Annual Review of Entomology*, 58, 373–391. <https://doi.org/10.1146/annurev-ento-120811-153635>
- Lemic, D., Mikac, K. M., Genda, M., Jukić, Ž., & Pajač Živković, I. (2020).** Durum wheat cultivars express different level of resistance to granary weevil, *Sitophilus granarius* (Coleoptera; Curculionidae) infestation. *Insects*, 11(6), 343.
- Li, J., et al. (2025).** Supercritical CO₂ extraction of citrus peel oils: efficiency and sustainability. *Journal of Cleaner Production*, 410, 137856.
- Li, Q., Putra, N. R., Rizkiyah, D. N., Abdul Aziz, A. H., Irianto, I., & Qomariyah, L. (2023).** Orange pomace and peel extraction processes towards sustainable utilization: A short review. *Molecules*, 28(8), 3550. <https://doi.org/10.3390/molecules28083550>
- Li, Z., Zhang, S., Wang, Y., & Zhang, Y. (2023).** Advances in insect olfactory recognition mechanisms and odorant receptors. *International Journal of Molecular Sciences*, 24(3), 2478. <https://doi.org/10.3390/ijms24032478>

M

- Mahmoudi, A., & Cherif, S. (2023).** Comparative radical scavenging efficiency of essential oils vs pure ascorbic acid: The case of sweet orange peel. *Industrial Crops and Products*, 192, 116–125.
- Mason, L. J., & McDonough, M. (2012).** Biology, behavior, and ecology of stored grain and legume insects. *Stored product protection*, 1(7), 7–20.
- Mew, T. W., & Misra, J. K. (Eds.). (1994).** A manual of rice seed health testing. International Rice Research Institute.
- M'hassan, A., Er-Raioui, H., & El-Amrani, M. (2018).** Analyse phytochimique et activité antibactérienne des tanins condensés et hydrolysables des agrumes marocains. *Afrique Science*, 14(2), 89–98.

- M'hiri, N., Ioannou, I., Ghoul, M., & Mihoubi Boudhrioua, N. (2021).** Phytochemical characteristics and antioxidant activity of Citrus peel essential oils affected by environmental and technological factors. *Food Bioscience*, 41, 100978. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.100978>
- Millezi, A. F., Baptista, N. N., Caixeta, D. S., & Rossoni, D. F. (2023).** Mechanisms of antimicrobial resistance and tolerance to essential oils in foodborne microorganisms. *Food Research International*, 165, 112456. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2023.112456>
- Miransari, M., & Smith, D. L. (2020).** Plant hormones and seed germination. *Environmental and Experimental Botany*, 99, 110–121. <https://doi.org/10.1016/j.envexpbot.2013.11.005>
- Mishra, B. B., Tripathi, S. P., & Tripathi, C. P. M. (2012).** Repellent effect of plant essential oils against stored grain insect pests. *Journal of Biopesticides*, 5(Supplementary), 43–49.
- Mossa, A. T. H., Mohafrash, S. M. M., & Chandrasekaran, N. (2023).** Essential oils and insect olfactory disruption: New perspectives for pest management. *Molecules*, 28(9), 3876. <https://doi.org/10.3390/molecules28093876>
- Muthahar Fazila Amanullah, M., Rasamani, P., & Sukumar, M. (2024).** Process kinetics optimization for extraction of essential oil from the peel of Citrus sinensis for the development of food packaging film. *Journal of Food Process Engineering*, 47(4), e14613. <https://doi.org/10.1111/jfpe.14613>
- Mutlu, Ç., Öğreten, A., Kaya, C., & Mamay, M. (2019).** Influence of different grain storage types on Khapra beetle, *Trogoderma granarium* Everts, 1898 (Coleoptera: Dermestidae), infestation in southeastern Anatolia (Turkey) and its resistance to malathion and deltamethrin. *Turkish Journal of Entomology*, 43(2), 131–142.

N

- Navarro, S., & Noyes, R. T. (2001).** The mechanics and physics of modern grain aeration management. CRC Press.
- Nazzaro, F., Fratianni, F., Coppola, R., & De Feo, V. (2020).** Essential oils and antifungal activity. *Pharmaceuticals*, 13(4), 86. <https://doi.org/10.3390/ph13040086>

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Nonogaki, H. (2019). Seed germination and dormancy: The classic story, new puzzles, and evolution. *Journal of Integrative Plant Biology*, 61(5), 541–563. <https://doi.org/10.1111/jipb.12762>

Nonogaki, H., Bassel, G. W., & Bewley, J. D. (2020). Germination—Still a mystery. *Plant Science*, 179(6), 574–581. <https://doi.org/10.1016/j.plantsci.2010.02.010>

Nyaupane, S., Poudel, M. R., Panthi, B., Dhakal, A., Paudel, H., & Bhandari, R. (2024). Drought stress effect, tolerance, and management in wheat—a review. *Cogent Food & Agriculture*, 10(1), 2296094.

O

Olabiya, A. A., Oboh, G., & Adefegha, S. A. (2021). Effect of aqueous decoctions of orange peels on essential enzyme activities linked to health. *Journal of Food Biochemistry*, 45(5), e13702.

Omosuli, S. V., Ikujenlola, A. V., & Atolagbe, O. M. (2014). Nutritional quality and phytochemical properties of orange (*Citrus sinensis*) peel powders. *Journal of Nutrition and Food Science*, 4(3), 1–5.

P

Platas, O. F., & Mejía Macario, L. (2025). Avances tecnológicos y sostenibles en la extracción de aceites esenciales. *Revista Digital Universitaria*, 26(5). <https://doi.org/10.22201/ceide.16076079e.2025.26.5.8>

Pavela, R., & Benelli, G. (2016). Essential oils as ecofriendly biopesticides? Challenges and constraints. *Trends in Plant Science*, 21(12), 1000–1007. <https://doi.org/10.1016/j.tplants.2016.10.005>

Pavela, R., Maggi, F., Petrelli, R., Cappellacci, L., Benelli, G., Canale, A., & Nicoletti, M. (2022). Outstanding insecticidal activity and repellency of essential oils and their constituents against stored-product insects. *Industrial Crops and Products*, 178, 114605. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.114605>.

Pavela, R., Maggi, F., Petrelli, R., Cappellacci, L., Benelli, G., Canale, A., & Nicoletti, M. (2022). Outstanding insecticidal activity and repellency of essential oils and their constituents against stored-product insects. *Industrial Crops and Products*, 178, Article 114605.

<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.114605>

Pelosi, P., Iovinella, I., Zhu, J., Wang, G., & Dani, F. R. (2018). Beyond chemoreception: Diverse tasks of soluble olfactory proteins in insects. *Biological Reviews*, 93(1), 184–200.

<https://doi.org/10.1111/brv.12339>

Pinto, E., Vale-Silva, L., Cavaleiro, C., & Salgueiro, L. (2009). Antifungal activity of the essential oil of *Thymus pulegioides* on *Candida*, *Aspergillus* and dermatophyte species. *Journal of Medical Microbiology*, 58(11), 1454–1462.

<https://doi.org/10.1099/jmm.0.010538-0>

Pradhan, R., Dandapat, S., & Sinha, M. P. (2017). Phytochemical screening and antioxidant activity of *Citrus sinensis* peel. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 8(7), 3042-3047.

R

Rabab, E., Mahmoud, A., & Zeinab, T. (2021). Phytochemical screening, total phenolic content, and antioxidant activity of orange peel extracts. *Egyptian Journal of Chemistry*, 64(12), 7105-7112.

Raddadi, N., Elbouzidi, A., Ammari, H., & Akssira, M. (2024). Chemical variability and antimicrobial properties of Citrus essential oils: Influence of extraction methods and environmental conditions. *Industrial Crops and Products*, 210, Article 118002.

<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024.118002>

Rajjou, L., Duval, M., Gallardo, K., Catusse, J., Bally, J., Job, C., & Job, D. (2021). Seed germination and vigor. *Annual Review of Plant Biology*, 72, 1–28.

<https://doi.org/10.1146/annurev-arplant-080620-095750>

Ramesh, K., Satish, A., & Murugan, K. (2022). Bioactive flavonoids from *Citrus* genus: Mechanisms of action in protecting against oxidative stress. *Phytomedicine*, 96, 153-164.

Raveau, R., Fontaine, J., & Lounès-Hadj Sahraoui, A. (2020). Essential oils as potential alternative biocontrol products against plant pathogens and weeds: A review. *Foods*, 9(3), Article 365. <https://doi.org/10.3390/foods9030365>

Regnault-Roger, C., Vincent, C., & Arnason, J. T. (2022). Essential oils in insect control: Low-risk products in a high-stakes world. *Annual Review of Entomology*, 67, 1–20. <https://doi.org/10.1146/annurev-ento-020821060343>

Rouphael, Y., & Colla, G. (2020). Biostimulants in agriculture. *Frontiers in Plant Science*, 11, Article 40. <https://doi.org/10.3389/fpls.2020.00040>

S

Sakka, M. K., Terzis, G., & Athanassiou, C. G. (2023). Competition between two species of the genus *Sitophilus* (Coleoptera: Curculionidae) on wheat and barley. *Applied Sciences*, 13(21), Article 11872. <https://doi.org/10.3390/app132111872>

Santos, L., Ferreira, M., & Silva, J. (2023). Glycosylated flavonoids in citrus by-products: Optimization of extraction and radical scavenging validation. *Molecules*, 28(2), 642-655.

Sayada, F., Ben Jemâa, J. M., & Khouja, M. L. (2022). Repellent and insecticidal activity of *Lavandula angustifolia* essential oil against storedproduct insects. *Journal of Stored Products Research*, 96, Article 101949. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2022.101949>

Shabnam Javed, Ahmad, R., & Khan, M. (2014). Free radical scavenging capacity and antioxidant profiling of essential oils from various citrus peels. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 17(5), 832-841.

Shah, T., Latif, S., Saeed, F., Ali, I., Ullah, S., Alsahli, A. A., & Jan, S. A. (2024). Role of natural biostimulants in seed germination, seedling establishment and stress tolerance in cereals. *Plants*, 13(2), Article 214. <https://doi.org/10.3390/plants13020214>

Sharifi-Rad, J., Sureda, A., Tenore, G. C., Daglia, M., Sharifi-Rad, M., Valussi, M., Tundis, R., Loizzo, M. R., Ollown, A. O., Maroyi, A., Setzer, W. N., Mitropoulou, G., Pappa, E., Rodrigues, C. F., Ribeiro-Santos, R., Badshah, S. L., Patra, A., Sestili, P., Frizio, G., ... & Martorell, M. (2021). Biological activities of essential oils: From plant chemoecology to traditional healing systems. *Molecules*, 26(4), Article 1107. <https://doi.org/10.3390/molecules26041107>

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Sharma, M., & Gupta, S. (2022). Identification of water-soluble volatile fractions in *citrus* macerations and their antioxidant implications. *Flavour and Fragrance Journal*, 37(3), 189-198.

Sikandar, M. A., Anjum, S., Idrees, A., Ali, H., Farooq, M. U., & Ismail, I. (2024). Economic analysis of wheat production in district Layyah Punjab, Pakistan. *Remittances Review*, 9(1), 2840-2855.

Silva, N. C. C., Fernandes Júnior, A., & Júnior, A. F. (2022). Biological properties of medicinal plants: A review of their antimicrobial activity against *Candida albicans*. *Journal of Fungi*, 8(5), Article 487. <https://doi.org/10.3390/jof8050487>

Silva, T., & Rocha, M. (2023). Partitioning of terpenoid structures between aqueous and organic phases during citrus waste valorization. *Separation and Purification Technology*, 305, 122-133.

Singh, B., Singh, J. P., & Kaur, A. (2020). Phenolic composition and antioxidant potential of grain and citrus by-products: A review. *Food Research International*, 137, 109-121.

Singh, R., et al. (2023). Impact of agronomic factors on citrus essential oil yield. *Plant Physiology Journal*, 29(2), 98–112.

T

Taiz, L., Zeiger, E., Møller, I. M., & Murphy, A. (2022). *Plant Physiology and Development* (7th ed.). Oxford University Press.

Teles, A. M., Rosa, T. D., Mouchrek Filho, V. E., & Abreu-Silva, A. L. (2013). Influence of environmental conditions on the composition and biological activity of essential oils. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 23(2), 347–354. <https://doi.org/10.1590/S0102-695X2013005000022>

V

Venthur, H., & Zhou, J. J. (2018). Odorant receptors and odorant-binding proteins as insect pest control targets: A comparative analysis. *Frontiers in Physiology*, 9, Article 1163. <https://doi.org/10.3389/fphys.2018.01163>

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Vicenço, C. B., Faroni, L. R. D., Heleno, F. F., Queiroz, M. E. L. R., & Prates, L. H. F. (2020). Chemical composition, insecticidal activity and synergistic effects of essential oils against stored-product insects. *Journal of Stored Products Research*, 87, Article 101611.

<https://doi.org/10.1016/j.jspr.2020.101611>

Vishal, B., & Kumar, P. P. (2018). Regulation of seed germination and abiotic stresses by gibberellins and abscisic acid. *Frontiers in Plant Science*, 9, Article 838.

<https://doi.org/10.3389/fpls.2018.00838>

Viuda-Martos, M., Ruiz-Navajas, Y., Fernández-López, J., & Pérez-Álvarez, J. A. (2022). Effect of extraction methods and storage conditions on the composition and bioactivity of *Citrus* essential oils. *Foods*, 11(6), Article 812.

W

<https://doi.org/10.3390/foods11060812>

Wojtyla, Ł., Lechowska, K., Kubala, S., & Garneczarska, M. (2020). Different modes of hydrogen peroxide action during seed germination. *Frontiers in Plant Science*, 7, Article 66.

<https://doi.org/10.3389/fpls.2016.00066>

Y

Yan, A., Chen, Z., & Gan, Y. (2014). Seed dormancy and germination: New mechanisms and regulation pathways. *Plant Signaling & Behavior*, 9(12), Article e977720.

<https://doi.org/10.4161/15592324.2014.977720>

Yang, N., & Jin, Y. (2024). Novel electromagnetic heat hydrodistillation for extraction of essential oil from tangerine peel. *Foods*, 13(4), Article 582.

<https://doi.org/10.3390/foods13040582>

Yaseen, M., Kausar, T., Praween, B., Shah, S. J., Jan, Y., Shekhawat, S. S., ... & Azad Ahmad Azad, Z. R. (2019). Insect pest infestation during storage of cereal grains, pulses and oilseeds. Dans *Health and Safety Aspects of Food Processing Technologies* (pp. 209-234). Springer.

Z

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Zhang, Y., Wang, L., & Liu, S. (2024). Genotypic and edaphic influences on the secondary metabolism of *Citrus sinensis* cultivars. *Postharvest Biology and Technology*, 208, 112-124.

Zhang, Y., et al. (2024). Limonene content as a determinant of essential oil yield in *Citrus sinensis*. *Phytochemistry Letters*, 48, 56–64. <https://doi.org/10.1016/j.phytol.2024.01.008>

Zhu, J., Ban, L., Song, L. M., Liu, Y., & Pelosi, P. (2016). Chemosensory proteins and odorant-binding proteins in insects. *Protein & Cell*, 7(10), 718–727. <https://doi.org/10.1007/s13238-016-0303-4>

Zhuang, X., Han, M., Kang, Z., Wang, K., Bai, Z., & Guo, Y. (2012). Comparative study on the chemical composition of *Citrus sinensis* essential oils obtained by different extraction methods. *Journal of Medicinal Plants Research*, 6(31), 4562–4568.