

Ministère de l'enseignement supérieur et

de la recherche scientifique Université

Chadli Bendjedid El Tarf



جامعة الشاذلي بن جديد

UNIVERSITE CHADLI BENDJEDID

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشاذلي بن جديد

الطارف

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département de Biologie

كلية علوم الطبيعة والحياة

قسم علوم البيولوجيا



Mémoire de Fin d'Études

Présenté en vue de l'obtention d'un Diplôme de Master 2

Recherche

« *Toxicologie fondamentale et appliquée* »

THÈME

Lutte contre l'insecte ravageur des denrées stockés
***Tribolium castaneum* : Potentiel répulsif**
et insecticide des huiles essentielles de trois variétés
d'agrumes

Soutenu le : 18/06/2025

Présenté Par : **Debabi Amira**

Devant le jury composé de :

Dr. Djabali Nacira

Dr. Gheid Samra

Dr. Amoura M

MCB Présidente

MCB Examinatrice

MCB Promotrice

UCBET

UCBET

UCBET

Remerciement

Remerciement

Je rends grâce à **Dieu** pour la force, la patience et l'inspiration qu'il m'a accordées tout au long de ce parcours.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Tout d'abord, mes plus sincères remerciements vont à mon directeur de mémoire, **Dr. Mounia AMOURA**, enseignante-chercheuse à l'université Chadli Bendjedid d'El Tarf, pour son encadrement précieux, ses conseils éclairés, sa disponibilité et la confiance qu'il m'a accordée tout au long de ce travail. Sa rigueur scientifique et sa bienveillance ont été essentielles.

Je remercie également les membres du jury, **Pr. Nacira DJABALI & Dr. Samira GHEID**, d'avoir accepté d'évaluer ce travail et de nous faire parvenir leurs remarques constructives.

Ma gratitude s'adresse aussi à tous les responsables du laboratoire de l'université en particulier **Mme Hayette** pour tout ce qu'ils ont fait pour m'aider à réaliser ma recherche.

Enfin, je souhaite remercier ma famille et mes amis, pour leur soutien inconditionnel, leur patience et leurs encouragements qui ont été une source de motivation constante.

Melle Amira DEBABI

Dédicace

Dédicace

Je consacre ce modeste manuscrit, mémoire de fin d'étude :

À la mémoire de mon bien-aimé père,

À ma tendre mère,

À mes frères et sœurs ainsi qu'à leurs enfants,

À mes amis et à l'ensemble de ma famille,

À moi-même.

Amira debabi

Résumé

Résumé

L'utilisation des huiles essentielles dérivées des agrumes comme alternative aux pesticides chimiques constitue un domaine de recherche et d'application en plein essor, notamment dans le contexte actuel de la recherche de solutions plus durables et respectueuses de l'environnement. Notre étude a été réalisée au sein du laboratoire pédagogique de la faculté des sciences de la nature et de la vie de l'Université Chadli Bendjedid. Les rendements en huiles essentielles extraites de zeste de trois agrumes du genre *Citrus* prélevés de la région d'El Tarf (Nord-est de l'Algérie), à savoir l'orange, la mandarine et le citron, ont été évalués à **2%**, **3,16%** et **4,25%** respectivement, à l'aide d'un hydrodistillateur de type Clevenger. Les résultats obtenus pour les trois huiles essentielles testées sur l'adulte de l'insecte ravageur des denrées stockées *Tribolium castaneum* présentent un effet répulsif modéré, *C. sinensis* (45 %) appartenant à la classe III, et un effet répulsif plus marqué pour *C. reticulata* (61 %) et *C. limon* (80 %) qui appartiennent à la classe IV. Les concentrations létales (CL50) ont révélé l'efficacité des huiles essentielles utilisées, avec un taux de mortalité significatif pour l'huile essentielle de *Citrus reticulata* (CL50 = 21,48 µL/L), ainsi que pour *Citrus sinensis* et *Citrus limon*, avec des CL50 de 23,47 µL/L et 28,36 µL/L respectivement. Ces résultats corroborent l'idée que les huiles essentielles d'agrumes représentent une alternative prometteuse et écologiquement durable aux pesticides chimiques, s'inscrivant ainsi dans les stratégies de biocontrôle et de lutte intégrée.

Mots clés : *Tribolium castaneum*, effet répulsif, effet bio-insecticide, *Citrus reticulata*, *Citrus sinensis*, *Citrus limon*, huile essentielle, fumigation.

ملخص

استخدام الزيوت العطرية المستخرجة من الحمضيات كبديل للمبيدات الكيميائية يمثل مجالاً متزايداً للبحث والتطبيق، خاصة في السياق الحالي للبحث عن حلول أكثر استدامة واحتراماً للبيئة. تم إجراء دراستنا داخل المختبر التعليمي لكلية علوم الطبيعة والحياة بجامعة الشاذلي بن جديد. تم تقييم العائدات من الزيوت الأساسية المستخرجة من قشور ثلاثة أنواع من الحمضيات من جنس *Citrus* المأخوذة من منطقة الطارف (شمال شرق الجزائر)، وهي البرتقال واليوسفي والليمون، بنسب 2% و 3,16% و 4,25% على التوالي، باستخدام جهاز التقطير المائي من نوع كليفيجر. تظهر النتائج التي تم الحصول عليها للزيوت العطرية الثلاثة المختبرة على الطور البالغ من حشرة الآفات المخزنة *Tribolium castaneum* تأثيراً طارداً معتدلاً، حيث كان تأثير (45%) *C. sinensis* ينتمي إلى الفئة (III)، بينما كان التأثير الطارد أكثر وضوحاً بالنسبة لـ (61%) *C. reticulata* و (80%) *C. limon* اللتين تنتميان إلى الفئة (IV). كشفت التركيزات القاتلة (CL50) عن فعالية الزيوت العطرية المستخدمة، مع معدل وفيات ملحوظ لزيوت *Citrus reticulata* (CL50 = 21,48 µL/L)، وكذلك بالنسبة لـ *Citrus sinensis* و *Citrus limon* مع CL50 قدرها 23,47 µL/L و 28,36 µL/L على التوالي. تؤكد هذه النتائج الفكرة القائلة بأن الزيوت الأساسية من الحمضيات تمثل بديلاً واعداً ومستداماً بيئياً لمبيدات الحشرات الكيميائية، مما يندرج ضمن استراتيجيات مكافحة الحيوية والمكافحة المتكاملة.

الكلمات المفتاحية: *Tribolium castaneum*، تأثير طارد، تأثير بيولوجي لمبيد الحشرات، *Citrus reticulata*، *Citrus sinensis*، *Citrus limon*، زيت أساسي، تبخير.

Abstract

Abstract

The use of essential oils derived from citrus fruits as an alternative to chemical pesticides is a rapidly growing area of research and application, particularly in the current context of seeking more sustainable and environmentally friendly solutions. Our study was conducted within the educational laboratory of the Faculty of Natural and Life Sciences at Chadli Bendjedid University. The yields of essential oils extracted from the peels of three *citrus* species from the El Tarf region (Northeast Algeria), namely orange, mandarin, and lemon, were evaluated at 2%, 3.16%, and 4.25%, respectively, using a Clevenger-type hydrodistillator. The results obtained for the three essential oils tested on the adult of the stored product pest *Tribolium castaneum* showed a moderate repellent effect for *C. sinensis* (45%), which belongs to class III, and a more pronounced repellent effect for *C. reticulata* (61%) and *C. limon* (80%), which belong to class IV. The lethal concentrations (LC50) revealed the effectiveness of the essential oils used, with a significant mortality rate for the essential oil of *Citrus reticulata* (LC50 = 21.48 $\mu\text{L/L}$), as well as for *Citrus sinensis* and *Citrus limon*, with LC50 values of 23.47 $\mu\text{L/L}$ and 28.36 $\mu\text{L/L}$, respectively. These results support the idea that citrus essential oils represent a promising and environmentally sustainable alternative to chemical pesticides, thus fitting into biocontrol and integrated pest management strategies.

Keywords: *Tribolium castaneum*, repellent effect, bio-insecticidal effect, *Citrus reticulata*, *Citrus sinensis*, *Citrus limon*, essential oil, fumigation.

Sommaire

Sommaire

<i>Remerciement</i>	<i>i</i>
<i>Dédicace</i>	<i>ii</i>
<i>Résumé</i>	<i>iii</i>
<i>ملخص</i>	<i>iiii</i>
<i>Abstract</i>	<i>iiiiii</i>
<i>Liste des figures</i>	<i>iiiiii</i>
<i>Liste des tableaux</i>	<i>iiiiiii</i>
INTRODUCTION	1
1. Les agrumes : aperçu général	3
1.1. Les agrumes: origines et diffusion	3
§ Origines	3
§ La diffusion	4
1.2. Taxonomie et Classification botanique	6
· Taxonomie : Richesse et diversité génétique	6
· Classification botanique	7
1.3. Importance et Utilisations des agrumes	9
1.4. La production des agrumes	10
1.3.1. Dans le monde	10
1.4.2. Les agrumes de Méditerranée	11
1.4.3. En algérie	12
1.5. Description botanique	14
1.6 Stades phénologiques repères des agrumes:	15
1.7 Cycle végétatif des agrumes	19
1.8. Principales variétés d'agrumes :	19
1.8.1 Petits agrumes :	19
1.8.2 Orange	20
1.8.3 Citron :	22
1.9 Etude physicochimique des agrumes :	24
1.9.1 <i>Citrus limon</i> (Citronnier) :	24
1.9.2 <i>Citrus reticulata</i> (La mandarine) :	26
1.9.3 <i>citrus sinensis</i> (L'orange douce)	27

Sommaire

2. Les huiles essentielles	29
Introduction	29
2.1. Définitions des huiles essentielles	30
2.2. Historique	30
2.3. Types d'huiles essentielles	31
2.4. Méthodes d'extraction et de distillations des huiles essentielles	31
2.4.1. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau	32
2.4.2. Extraction par Hydrodistillation	33
2.4.3. Extraction assistée par micro-ondes	33
2.4.4. Expression à froid :	34
2.4.5. Extraction par solvant organique	35
2.4.6. Extraction par fluide à l'état supercritique	35
2.5. Chimie des huiles essentielles	36
2.6. Propriétés physiques des huiles essentielles	39
2.7. Effets biologiques des huiles essentielles	39
2.8. La toxicité des HE	40
2.10. Facteurs de variabilités des huiles essentielles	42
2.11. Conservation des huiles essentielles	43
2.12. des huiles essentielles d' agrumes	43
2.12.1. La production mondiale des huiles essentielles d'agrumes	Error!
Bookmark not defined.	
2.12.2. Définition Huiles essentielles d'agrumes	43
2.12.3. Composition Chimique des huiles essentielles d'agrumes	44
2.12.4. Huile essentielle d'orange douce (<i>Citrus sinensis</i>)	45
2.12.5. Huile essentielle de citron (<i>Citrus limon</i>)	46
2.12.6 Huile essentielle de mandarine (<i>Citrus reticulata</i>)	46
2.12.8. Activités insecticides, larvicides et biopesticides d HE des agrumes	48
3. <i>Tribolium castaneum</i>	51
Introduction	51
3.1 Généralité sur l'insecte <i>Tribolium castaneum</i>	51
3.2. Origine et distribution	52
3.3. Morphologie	53
3.4. Plage d'hôtes et dommages	54
3.6. Comportement de reproduction	56
3.7. importance économique	57

Sommaire

3.8. Contrôle de l'infestation par <i>Tribolium castaneum</i> dans l'environnement des produits stockés	57
· Contrôle physique	58
· Contrôle moléculaire	58
· Contrôle chimique	58
· Contrôle biologique	60
4. Matériels et Méthodes	63
4.1. Matériels biologiques	63
4.1.1. Présentation de l'espèce végétale étudiée	63
4.1.2. Présentation de l'espèce animale étudiée	66
4.2. Matériels de laboratoire :	67
4.3. Méthodes de travail	68
4.3.1. Extraction et rendement des huiles essentielles	68
4.3.2. Calcul du Rendement des HEs	70
4.3.3. Test de récursivité de l'huile essentielle sur les adultes de <i>T. castaneum</i>	71
4.3.4. Evaluation de l'effet bio-insecticide de l'huile essentielle des agrumes à l'égard des adultes de <i>T. castaneum</i>	72
5. Résultats et Discussion	76
5.1. Rendement de l'extraction en huiles essentielles	76
5.2. Effet Répulsif des Huiles Essentielles d'Agrumes contre <i>Tribolium castaneum</i> 78	
Ø Classement des Huiles Essentielles par Efficacité Répulsive	79
5.3. Efficacité des huiles essentielles d'agrumes en fumigation contre <i>Tribolium castaneu</i>	81
Ø Comparaison de l'Efficacité entre les Huiles Essentielles	82
CONCLUSION	83
Références bibliographiques	84

Liste des figures

Liste des figures

Figure	Titre	Page
01	Migration des agrumes à travers les âges d'après praloran (1971)	5
02	l'origine des agrumes cultivés revisités (Khefifi, 2015)	7
03	Classification botanique de la sous-famille des <i>Aurantioideae</i> (Serra et al., 1992)	9
04	Production mondiale d'agrumes (FAO, 2003)	11
05	Origine génétique et géographique des citrus cultivés (Imbert, 2005)	12
06	Production des Agrumes en 2000/01 et 2018/19(Histogramme élaboré sur la base des données www.ons.dz)	13
07	Coupes transversale (A) et longitudinale (B) schématiques d'une clémentine Curk et al., (2022)	15
08	montage d'entraînement à la vapeur d'eau (El Haib, 2011).	32
09	Schéma du dispositif d'hydrodistillation, type Clevenger (Hernandez, 2005)	33
10	Montage d'extraction par micro-ondes Chernat et al., (2004)	34
11	Schéma de la technique d'extraction par le CO ₂ supercritique (Société Hitex)	36
12	Transformation de la matricide en chamazulène pendant la distillation de <i>Chamomilla recutita</i> (Poirot, 2016)	38
13	Nombre de cas d'intoxications aux HEs rapportés aux USA de 1997 à 2014 (Poirot, 2016)	40
14	Diversité des structures de sécrétion des huiles essentielles. (A) : poil sécréteur de (<i>Mentha pulegium</i>), (B) : trichome glandulaire de <i>Mentha pulegium</i> , (C) : trichome glandulaire de <i>Lippia scaberrima</i> et (D) : structure de trichome glandulaire de <i>Thymus vulgaris</i> (Tefiani, 2015).	42
15	<i>tribolium castaneum</i> adultes (https://doi.org/10.1079/pwkb.species.54667)	52
16	Différence entre l'antenne de <i>T. castaneum</i> et <i>T. confusum</i> (Chaubey, 2023)	53
17	A) Oeufs, B) Larve de premier stade, C) Larve de deuxième stade, D) Larve de troisième stade, E) Larve de quatrième stade, F) Larve de cinquième stade, G) Larve de sixième stade, H) Larve de septième stade, I) Stade pupal initial, J) Stade pupal avancé, K) De l'adulte initial à l'adulte avancé. Issrani et al., (2024)	56
18	Classement des Huiles Essentielles des agrumes par Efficacité Répulsive	80
20	Courbes dose-mortalité des huiles essentielles de <i>Citrus limon</i> , <i>Citrus sinensis</i> et <i>Citrus reticulata</i> contre <i>Tribolium castaneum</i> par fumigation après 24h d'exposition.	82

Liste des figures

Liste des photos

photos	Titre	Page
01	L'adulte (<u>imago</u>) de <i>Tribolium castaneum</i> (Original, 2025)	67
02	Les écorces des agrumes séchées (Original, 2025)	68
03	Appareil d'hydrodistillation de type Clevenger (Original, 2025).	69
04	Elevage de <i>Tribolium castaneum</i> (Original, 2025).	73
05	Préparation des flacons du Test d'inhalation (Original, 2025).	74
06	Test de l'effet répulsif de l'huile essentielle(<i>C.limon</i>) sur papier filtre (Originale, 2025)	79

Liste des tableaux

Listes des tableaux

Tableau	Titre	Page
01	Quatre espèces comestibles de Citrus sauvages originales et quatre espèces hybrides. (Gmitter et al., 2007)	4
02	Principaux pays et zones producteurs d'agrumes en 2012 (FAO, 2014).	11
03	Principales espèces d'agrumes cultivés en Algérie (Buffa et al., 1960)	13
04	Stades phénologiques repères des agrumes selon l'échelle BBCH (Agusti et al., 1997)	16
05	Constituants chimiques principaux (Goetz, 2014)	24
06	Composition nutritionnelle de l'orange douce (Base de données USDA sur les nutriments (2014)	28
07	Composition chimique des huiles essentielles de citron et d'orange (Zayse & Gashu, 2022)	47
08	Classement d'indice de récursivité	72
09	Les rendements de l'extraction des huiles essentielles à partir de l'écorce des agrumes.	76
10	Impact de l'huile essentielle des agrumes sur la répulsion des adultes analyse du nombre et du pourcentage de répulsion selon la dose	79
12	Classement des Huiles Essentielles par Efficacité Répulsive	80
14	Concentrations létales CL 50 des huiles essentielles de Citrus contre les adultes de <i>Tribolium castaneum</i> par fumigation, après 24 h d'exposition	82



Introduction

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les denrées stockées, qu'il s'agisse de matières premières ou de produits finis, jouent un rôle central dans la sécurité alimentaire et la stabilité économique des entreprises agroalimentaires et des consommateurs. Leur gestion efficace est cruciale pour garantir la sécurité, la traçabilité et la qualité tout au long de la chaîne d'approvisionnement, du stockage à la distribution. Un stockage inadéquat peut entraîner la prolifération de micro-organismes ou de nuisibles, rendant les aliments impropres à la consommation et causant d'importantes pertes économiques (**Soulier & Costamagno, 2018**).

Parmi les principaux dangers auxquels sont exposées les denrées stockées figurent les insectes ravageurs. Ces insectes, tels que les coléoptères (charançons) et les mites, sont capables de s'introduire et de se reproduire dans les stocks alimentaires, provoquant ainsi des dégâts considérables. Leur présence entraîne la dégradation des produits, la contamination par des cocons, exuvies ou déjections, et peut rendre les aliments impropres à la consommation humaine ou animale. De plus, leur prolifération peut favoriser le développement d'infections fongiques secondaires dues à l'humidité accrue. Les conséquences économiques sont lourdes : pertes de produits, rappels, atteinte à la réputation des entreprises, et coûts d'exploitation supplémentaires (**HEBBAZ & BERRAMDANE, 2020**).

Face à ces infestations, l'utilisation de pesticides chimiques s'est largement répandue. Cependant, ces substances présentent de nombreux risques pour la santé humaine et l'environnement. L'exposition aux pesticides, qu'elle soit aiguë ou chronique, peut provoquer des troubles cutanés, digestifs, respiratoires, neurologiques, des cancers, des perturbations endocriniennes, voire des effets tératogènes et reprotoxiques. Les résidus de pesticides sont fréquemment retrouvés sur les aliments et dans l'eau potable, exposant ainsi la population à des risques sanitaires accrus. Sur le plan environnemental, les pesticides contribuent à la diminution de la biodiversité, au déclin des pollinisateurs essentiels à la production agricole, et à la dégradation de la santé des sols. Les animaux domestiques et la faune sauvage ne sont pas épargnés, subissant eux aussi des effets toxiques parfois mortels (**Zongo et al., 2015**).

Face aux défis sanitaires et environnementaux actuels, il est impératif d'explorer et d'adopter des alternatives biologiques aux pesticides chimiques. Les huiles essentielles, dérivées de

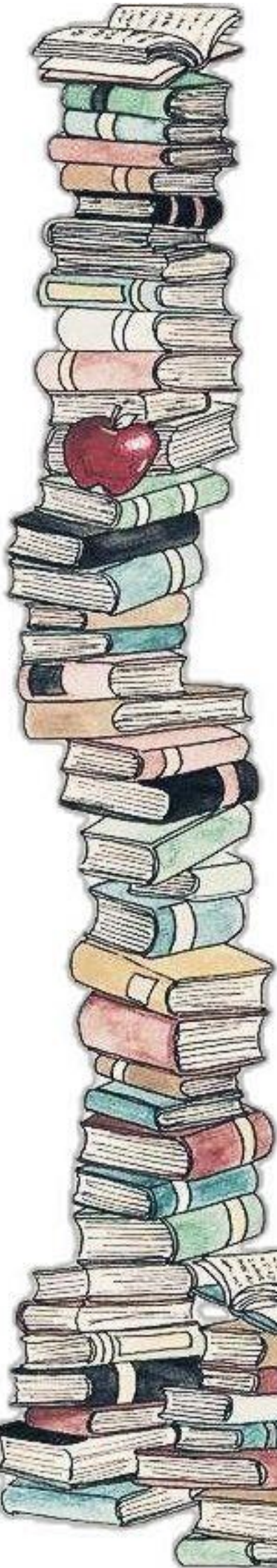
INTRODUCTION

plantes, présentent un potentiel significatif en tant qu'agents de biocontrôle. En tant qu'insecticides ou fongicides naturels, elles offrent l'avantage d'être biodégradables, moins nocives pour l'homme et l'environnement, et de ne pas engendrer de résidus toxiques sur les produits alimentaires. Des études sont en cours pour élaborer des formulations efficaces à base d'huiles essentielles, visant à remplacer les pesticides conventionnels tout en assurant une protection durable des réserves alimentaires(**Ainane et al., 2018**).

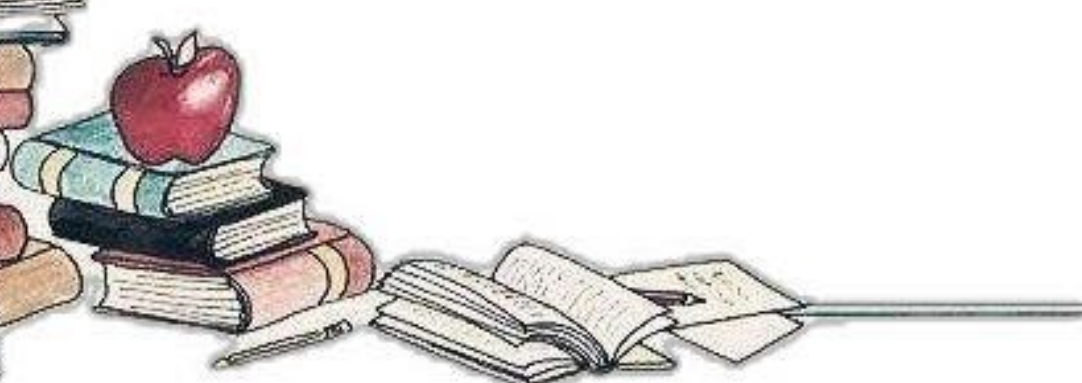
Cette étude a pour objectif d'examiner les effets potentiels des diverses huiles essentielles extraites des écorces d'agrumes récoltées dans la région d'El Tarf, afin d'optimiser leur intensité de répulsion et leur efficacité insecticide contre les adultes de *Tribolium castaneum*, un insecte nuisible des denrées stockées.

Le plan de notre mémoire se décline en plusieurs sections : une partie théorique constituée de trois chapitres. Dans le premier chapitre, nous avons cherché à présenter des différentes variétés d'agrumes, où nous mettons en avant l'espèce végétale concernée. Ensuite on aborde l'utilisation et l'intérêt des huiles essentielles, en détaillant les méthodes d'extraction ainsi que leurs caractéristiques physico-chimiques. Enfin, nous avons tenté à travers le dernier de présenter l'espèce ravageuse *Tribolium castaneum*.

Suite à l'examen des références bibliographiques, nous avons formulé nos objectifs pratiques en adoptant une approche expérimentale. Cette démarche inclut la méthodologie ainsi que le protocole de travail, suivis des résultats obtenus et de leur analyse. Enfin, une conclusion ainsi que quelques perspectives sont présentées.



Partie
Bibliographiques





Chapitre I
Les agrumes :
aperçu général

CHAPITRE I. LES AGRUMES : Aperçu général

INTRODUCTION

Les agrumes, également connus sous le nom de citrus (fruits acides) par le biais d'un emprunt des langues romanes (**Liu et al., 2012**). En examinant l'étymologie des noms des agrumes les plus courants, on peut retracer leur histoire. Le terme "agrumes" est utilisé de manière générale pour désigner à la fois les arbres et les fruits (**Curk, 2014**). C'est un terme générique désignant plusieurs espèces constituent l'une des principales cultures fruitières au monde, avec une disponibilité et une popularité mondiales contribuant aux régimes alimentaires humains. En raison d'un nombre incertain d'espèces naturelles et de vastes zones de culture, les exemples les plus connus de fruits citriques d'importance commerciale sont les oranges, les citrons, les limes, les pamplemousses et les mandarines. Bien que les fruits citriques soient cultivés dans le monde entier dans plus de 140 pays (**Liu et al., 2012**), avec une production mondiale totale de 105 millions de tonnes métriques les agrumes sont cultivés commercialement dans les régions tropicales et subtropicales du monde, principalement entre les latitudes de 40°N et 40°S, ils sont principalement valorisés pour leurs fruits qui peuvent être consommés frais, transformés en jus, ou ajoutés à des plats et des boissons. Selon **Gmitter et al., (2007)** les principaux types d'agrumes comestibles, y compris les espèces d'agrumes ancestrales et leurs introgressions sont riches en vitamine C, flavonoïdes, acides, huiles volatiles, caroténoïdes et autres microéléments.

1.1. Les agrumes : Origines et Diffusion

1.1.1. Origines : Les documents historiques sur la domestication et l'histoire de la culture des agrumes remontent à 2100 av. J.-C. (**Gmitter et al., 2007**) considère qu'ils proviennent de l'archipel malais et de l'Asie du Sud-Est, s'étendant du nord de l'Inde à la Chine et au sud à travers la Malaisie, les Indes orientales et les Philippines. Le mouvement des agrumes à travers le monde a été réalisé par des explorateurs lointains, des commerçants et des missionnaires de l'Église. Des preuves plus récentes suggèrent que la province du Yunnan dans le sud-ouest de la Chine pourrait être le centre d'origine en raison de la diversité des espèces qui y sont trouvées. Dans la région du Sud-Est asiatique, qui s'étend des versants sud de l'Himalaya jusqu'en Indonésie en passant par la Chine, le Vietnam, la Thaïlande et l'archipel malaisien, les agrumes ont leur origine. Il est estimé que la culture de certains agrumes dans cette zone remonte à plusieurs millénaires (**Curk, 2014**).

En Chine, la culture des agrumes remonte à plus de 4 000 ans. La plus ancienne référence écrite connue se trouve dans un texte faisant partie des 5 classiques attribués à Confucius, le *Shu Jing*, également connu sous le nom de Livre des Histoires ou Classique des documents, qui compile des écrits datant du III^e millénaire av. J.-C. Ce texte mentionne que deux types d'agrumes, un grand et un petit, étaient offerts à l'empereur. Il décrit 27 variétés d'agrumes ainsi que les différentes étapes de leur culture, de la propagation à la récolte des fruits (Curk, 2014).

D'après Baldwin (1993) Les agrumes appartiennent à la famille des *Rutacées* et à la sous-famille des *Aurantioïdées*, qui contiennent un fruit ressemblant à une orange ou un citron, classé comme un *hespéridium* ou une baie de structure particulière. Ces fruits se caractérisent par une pulpe juteuse composée de vésicules à l'intérieur des segments. Seuls trois genres de cette sous-famille (*Citrus*, *Fortunella* et *Poncirus*) produisent des vésicules de jus comestibles. Les noms scientifiques et communs des agrumes d'importance commerciale et leur complexe éventail d'hybrides sont donnés dans le tableau 1.

Tableau 1. Quatre espèces comestibles de *Citrus* sauvages originales et quatre espèces hybrides. (Gmitter et al., 2007)

Nom	Nom scientifique	Lieu d'origine possible
Citron	<i>C. medica</i>	Inde et Chine
Pamplemousse	<i>C. grandis</i>	Malaisie et Inde
Mandarine	<i>C. reticulata</i>	Asie du Sud-Est
Citron vert	<i>C. aurantifolia</i>	Inde orientale
Orange amère	<i>C. aurantium</i>	Pamplemousse x Mandarine. Chine
Orange douce	<i>C. sinensis</i>	Pamplemousse x Mandarine. Chine
Citron	<i>C. limon</i>	Citron x Citron vert. Inconnu, probablement en
Pamplemousse	<i>C. paradisi</i>	Chine Pamplemousse x Orange douce. Île de la Barbade

1.1.2. La diffusion : Bien que des débats existent à ce sujet, il est généralement accepté que plusieurs siècles se seraient écoulés avant que d'autres variétés d'agrumes que le cédrat ne soient introduites en Occident. Il semblerait que le citron ait été mentionné pour la première fois à partir du XII^e siècle et qu'il ne soit pas présent dans les écrits anciens chinois ou indiens. Étant donné qu'aucun citronnier sauvage n'a été découvert dans la zone supposée de

son origine, il est probable que le citronnier soit apparu relativement récemment suite à l'hybridation d'agrumes plus anciens, parmi lesquels le cédrat (Malik et al., 1974).

La thèse soutenue par Praloran (1971) affirme que les Génois ont été les premiers à introduire des agrumes en Méditerranée, comme le prouvent des documents italiens du XVe siècle. Ainsi, la Méditerranée n'est pas le berceau d'origine des agrumes, mais plutôt la région à partir de laquelle ils se sont propagés dans le reste du monde. Grâce à leurs propriétés antiscorbutiques, les agrumes ont joué un rôle crucial dans le développement de la navigation maritime et ont été transportés dans le Nouveau Monde lors du second voyage de Christophe Colomb en 1493. De là, ils ont été introduits dans de nombreuses régions du continent américain dès le début du XVIe siècle, en passant par les Caraïbes (Praloran, 1971).

L'Algérie a également joué un rôle important dans la diffusion des agrumes à la fin du XIXe siècle, d'abord dans les pays méditerranéens, puis dans le monde entier. En outre, la Méditerranée est reconnue comme le foyer d'origine des limettes (Praloran, 1971).

Enfin, les Caraïbes, du fait de la découverte du pomelo au XIXe siècle, sont également considérées comme un centre de diversification secondaire à partir duquel le pomelo fut introduit en Floride où sa culture s'est intensifiée (Curk, 2014).

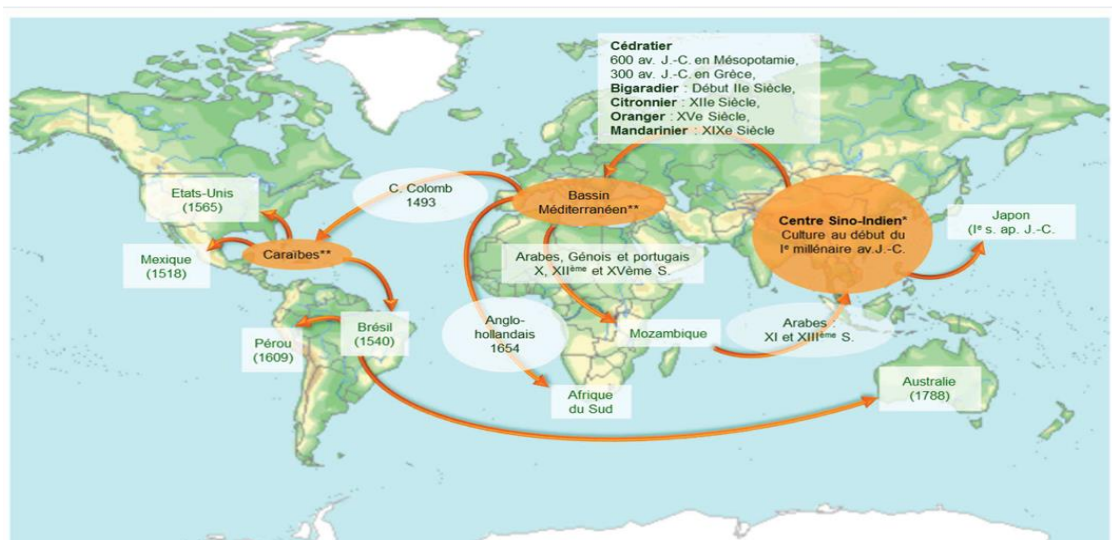


Figure 1. Migration des agrumes à travers les âges d'après praloran (1971).

1.2. Taxonomie et Classification botanique

1.2.1. Taxonomie : Richesse et diversité génétique

Les agrumes se distinguent par leur grande diversité d'espèces, appartenant à la sous-tribu des *Citrinae*, à la tribu des *Citreae*, à la sous-famille des *Aurantioideae*, à la famille des

Rutaceae et à l'ordre des Géraniales, aux côtés de huit autres genres. Les fruits des espèces du genre *Fortunella* ont une peau comestible, tandis que le genre *Citrus* regroupe de nombreuses espèces, largement cultivées et consommées (**Swingle, 1967**). Le nombre d'espèces dans le genre *Citrus* varie selon les classifications des taxonomistes, Swingle répertorie seize espèces, tandis que Tanaka en décrit cent cinquante-six (**Khefifi, 2015**).

Selon la classification établie par **Swingle (1967)**, il existe huit principaux groupes taxonomiques parmi les agrumes : les cédratiers (*C. medica* (L.)), les mandariniers (*C. reticulata* Blanco), les pamplemoussiers (*C. maxima* (L.) Osb.), les orangers (*C. sinensis* (L.) Osb.), les limettiers (*C. aurantifolia* (Christm.) Swing.), les pomelos (*C. paradisi* Macf.), les citronniers (*C. limon* (L.) Burm. F.), et les bigaradiers (*C. aurantium* (L.)).

La diversité génétique des agrumes se manifeste à travers une variété de caractéristiques morphologiques, de couleurs, d'attributs organoleptiques, ainsi que de résistances aux facteurs biotiques et abiotiques. En plus de ces différences agro-morphologiques, les agrumes se distinguent par leur diversité biochimique et moléculaire, souvent explorée pour analyser les relations phylogénétiques entre les différentes espèces (**Khefifi, 2015**). *Clymenia*, *Eremocitrus*, *Microcitru* sont d'origine océanienne et *Poncirus*, *Fortunella* et *Citrus* sont asiatiques et regroupent les agrumes les plus connus, les plus cultivés et les plus consommés (**Curk et al., 2022**). Les *Poncirus trifoliata* Raf : C'est un genre botanique peu diversifié, du moins nous n'en connaissons que peu de variétés et qui plus est avec de fortes similitudes d'aspect, Ce genre botanique présente comme le *Poncirus* peu de diversité (**Curk et al., 2022**).

Le genre *Citrus* enfin, regroupe les espèces majeures tant du point de vue phylogénétique que du point de vue commercial, La taxinomie du genre *Citrus* est controversée, Ce genre regroupe la plupart des espèces d'agrumes cultivés et est constitué, suivant les taxinomistes, de 16 ou 156 espèces (**Curk et al., 2022**).

L'oranger, quant à lui, présente une structure complexe issus du mélange de deux espèces ancestrales, *C. reticulata* et *C. maxima*, son origine exacte n'est pas encore claire ,Contrairement aux cédratiers et pamplemoussiers modernes qui apparaissent comme des espèces pures de *C. medica* et *C. maxima*, tous les mandariniers cultivés présentent des parties de leur génome provenant du pamplemoussier (**Curk & Ollitrault, 2018**).

La complexité relative de la classification résulte, entre autres, d'une très vaste diversité morphologique et de l'inter-compatibilité sexuelle des espèces du genre *Citrus*, Par ailleurs,

certaines variétés cultivées se sont vues élevées au rang d'espèce, bien qu'elles soient issues de croisements entre deux espèces différentes et qu'elles ne puissent pas se reproduire naturellement par fécondation (Curk *et al.*, 2022).

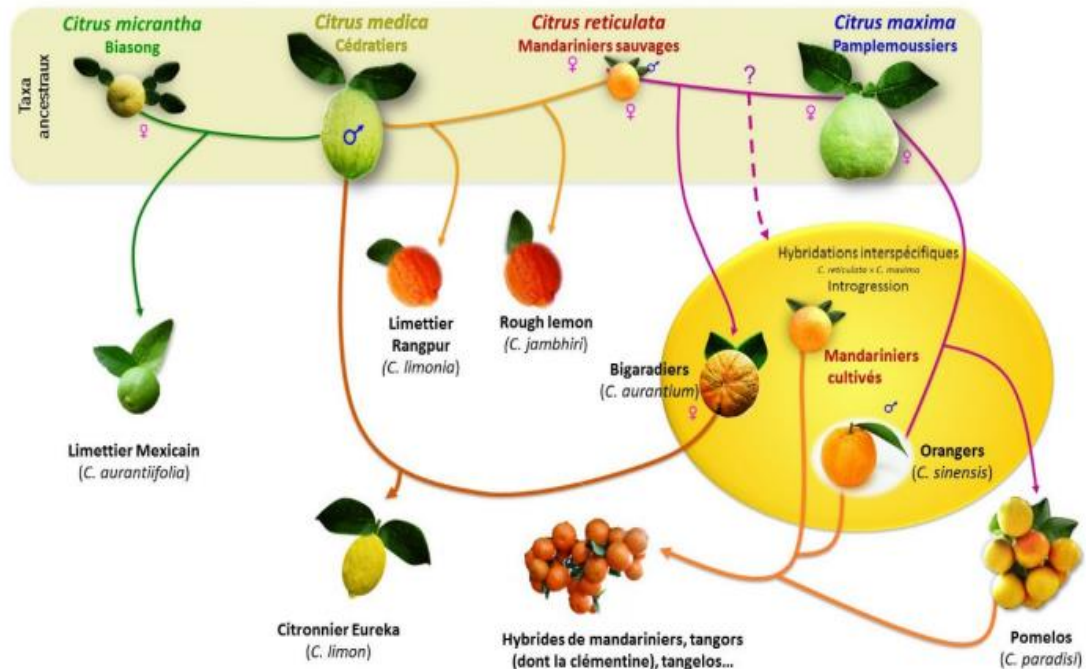


Figure 2. L'origine des agrumes cultivés revisités (Kheffi, 2015).

1.3. Importance et utilisations des agrumes

Les fruits peuvent être consommés frais ou sous forme de jus, de confitures, etc., ils présentent une source importante de vitamines, de minéraux et de fibres. De plus, ils peuvent être utilisés dans la production de divers produits dérivés. Environ un tiers des agrumes produits sont transformés, notamment les oranges (40% des oranges récoltées dans le monde subissent une transformation). Les produits dérivés incluent les jus de fruits et les huiles essentielles (Ocampo, 2008). En plus des fruits frais (orange douce, mandarine, pamplemousse, citron et lime), il existe de nombreux produits à base d'agrumes transformés. Le jus d'orange concentré congelé (FCOJ) est de loin le produit transformé le plus important à partir des agrumes (Baldwin, 1993).

En extrayant les huiles essentielles des écorces de fruits par broyage, on obtient des produits utilisés par l'industrie agroalimentaire pour aromatiser des boissons ou des aliments, ainsi que par l'industrie pharmaceutique pour des applications médicales (propriétés antiseptiques, stimulantes) ou cosmétiques (savons, parfums, produits de soins), voire pour un usage

domestique (produits d'entretien). De plus, la pulpe, qui est un sous-produit de l'extraction des jus, est utilisée comme alimentation pour les animaux (**Ocampo, 2008**). Il existe plusieurs utilisations possibles pour les écorces d'agrumes une fois qu'elles ont été débarrassées de leur pulpe. Ces utilisations dépendent largement des conditions économiques locales. Par exemple, dans la région de Messine, l'acide citrique était traditionnellement produit à partir de fruits entiers, surtout en période de surproduction. Aux États-Unis, on transforme plusieurs milliers de tonnes d'agrumes en pectines. En Afrique du Nord, il est peut-être plus réaliste d'envisager trois catégories de produits pour le moment : les huiles essentielles, les flavonoïdes et les aliments pour le bétail (**Dupaigne & Capocanellas, 1962**).

1.4. La production des agrumes

1.4.1. Dans le monde

Les agrumes constituent la première production fruitière mondiale avec 89,6 millions de tonnes, dont près de 60 millions de tonnes d'oranges en 1996. Le volume de fruits transformés est en augmentation (**Ollitrault et al., 1999**).

Depuis le milieu des années 80, la production et la consommation mondiales d'agrumes ont augmenté de manière significative. Les oranges, les clémentines tangerines, les citrons et les limes ont été produits en plus grande quantité. L'Espagne prévoit d'augmenter sa production de clémentines tangerines pour répondre à la demande croissante de ce fruit. De même, la Chine va voir sa production et sa consommation d'oranges et de clémentines tangerines augmenter. En Asie, la production et la consommation d'agrumes devraient également progresser, principalement grâce à la production locale. (**Spreen, 2001**).

Aujourd'hui, elle s'étend sur plusieurs millions d'hectares, allant des zones tempérées chaudes aux zones tropicales, situées entre 40° de latitude Nord et de latitude Sud. Les agrumes ont un impact majeur sur les secteurs économique et social, contribuant ainsi au développement des pays producteurs. Ils sont des produits d'exportation et de transformation, utilisés pour produire divers dérivés tels que les jus, les confitures et les essences, tout en créant des opportunités d'emploi (**Koutti et al., 2017**).

Les agrumes constituent un secteur stratégique dans la plupart des pays producteurs jouant ainsi un rôle socio-économique du premier ordre. Sur le plan économique, les agrumes représentent une source importante de recettes pour tous les acteurs de la filière ;

agriculteurs, industriels, exportateurs...etc. Sur le plan social, le secteur assure l'emploi d'une main d'œuvre importante. Il s'agit donc d'une filière d'importance économique majeure à l'échelle nationale ainsi qu'à l'échelle internationale (Milind, 2008). Bien que les agrumes soient produits dans plus de 140 pays, la Chine, le Brésil, les Etats-Unis et le bassin méditerranéen produisent plus de 64% de la production mondiale (Tab. 2) La production du bassin méditerranéen est destinée principalement au marché du frais. En revanche la plus grande partie de la production des régions tropicales est destinée à la transformation. (FAO, 2014), FAOST <http://faostat3.fao.org/home/E>

Tableau 2. Principaux pays et zones producteurs d'agrumes en 2012 (FAO, 2014).

Régions de production	Production (Tonnes)	Part de la production Mondiale (%)
Chine	31 700 000	24.1
Bassin méditerranéen	22 600 263	17.2
Brésil	20 258 500	15.4
Etats Unis	10 619 500	8.1

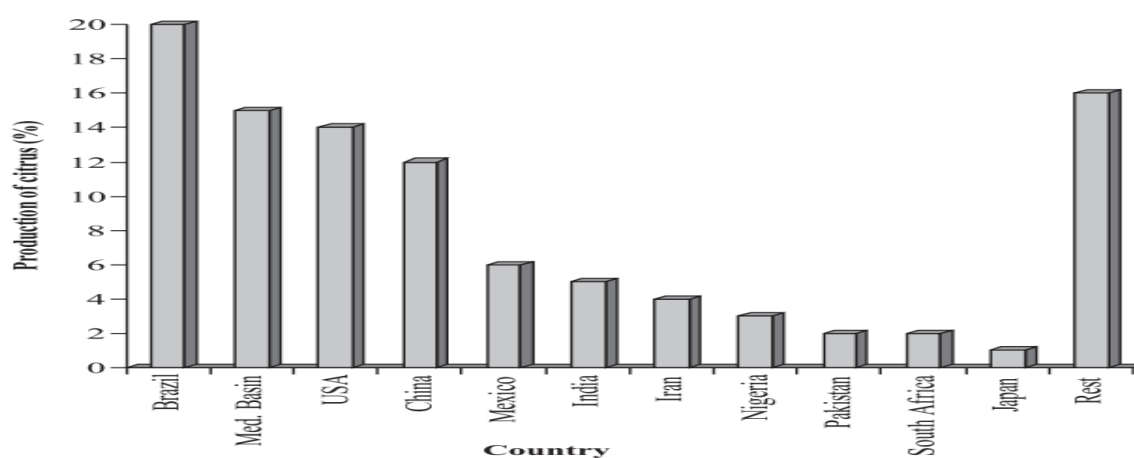


Figure 4. Production mondiale d'agrumes (FAO, 2003)

1.4.2. Les agrumes de Méditerranée

Imbert, (2005) affirme que la Méditerranée est l'une des principales régions productrices d'agrumes dans le monde. Avec 17 millions de tonnes, elle se classe en deuxième position après le Brésil (20 millions de tonnes), mais devance la Chine et les États-Unis qui produisent chacun 14 millions de tonnes. La répartition de la production méditerranéenne par types de marché est particulière. Seulement une faible quantité est destinée à la

transformation (19% contre 30% en moyenne mondiale) car la majeure partie est destinée au marché frais (36% contre 10%). Contrairement au reste du monde où le marché local est le principal débouché (60 %), sa domination est moins marquée en Méditerranée (45%). Les grandes zones citricoles se spécialisent dans différents types de marchés. Par exemple, En Amérique du Nord, centrale et du Sud, la production est principalement axée sur la transformation en jus concentré ou non concentré.

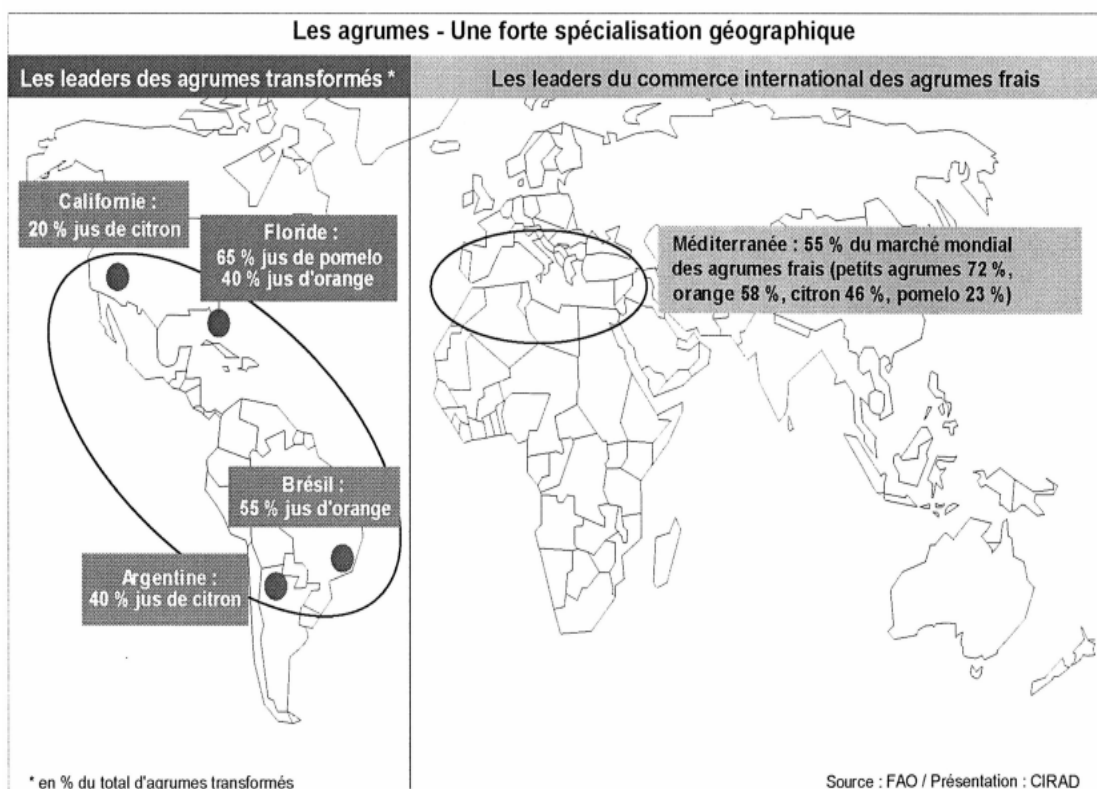


Figure 5. Origine génétique et géographique des citrus cultivés (Imbert, 2005).

1.4.3. En Algérie

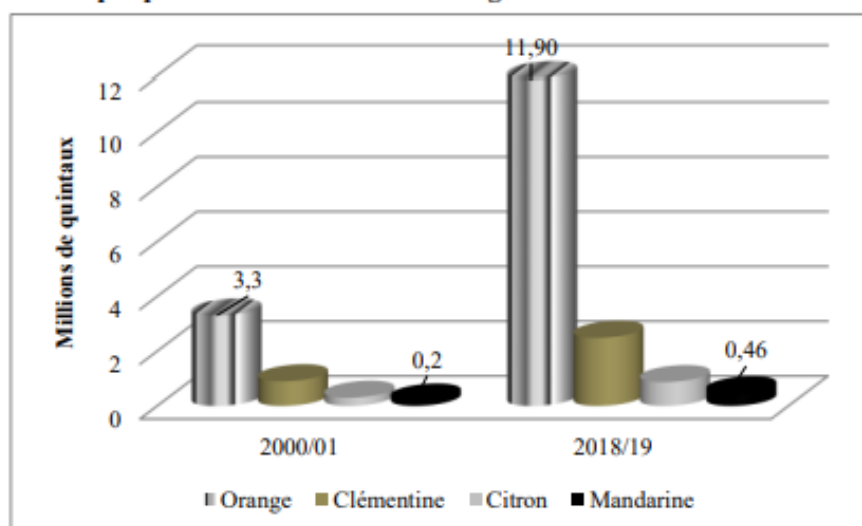
En Algérie, les vergers d'agrumes comprennent différents types de *Citrus* tels que les orangers, les clémentiniers, les mandariniers, les citronniers et les pomelos. La catégorie des orangers est la plus vaste en termes de variétés, offrant une grande diversité avec une prédominance de variétés précoces comme la Washington navel et la Thomson navel (Koutti et al., 2017).

Les superficies des plantations d'agrumes en Algérie de 37000 ha représente 4% de la superficie mondiale réparties en :

Tableau 3. Principales espèces d'agrumes cultivés en Algérie (Buffa et al., 1960).

Les espèces cultivés	Les superficies des plantations	Part de la surface totale (%)
Oranges	25000 ha	67
Clémentines	5000	13,5
Mandarines	5000	13,5
Citrons	1400	4
Pomelos	600	2

Les données statistiques de **Mimouni, (2023)** indiquent une augmentation significative de la production d'agrumes depuis la campagne agricole 1999/00. Cette croissance est due à l'expansion de la superficie totale consacrée à cette culture, qui a augmenté de 43% entre 1999/00 et 2015/16. En 2016, cette superficie s'élevait à 66 hectares et a enregistré une augmentation de rendement de 99,45%, passant de 93,4 à 186,4 quintaux par hectare au cours de la même période. En moyenne, les rendements en oranges, clémentines, citrons, mandarines et pamplemousses représentent respectivement 73,3%, 16,1%, 6,4%, 4% et 0,3 %.

Graphique n°051 : Production des Agrumes en 2000/01 et 2018/19

Source : Histogramme élaboré sur la base des données www.ons.dz

Figure 6. Production des Agrumes en 2000/01 et 2018/19 (Histogramme élaboré sur la base des données www.ons.dz)

1.5. Description botanique

Les plantes d'agrumes sont de petits arbres à feuillage persistant, étalés, avec des pousses épineuses, atteignant environ 2 à 15 m de hauteur (Gmitter et al., 2007 ; Dugrand-Judek,

2015), ils sont généralement considérés comme des plantes vivaces moyennement sensibles au froid (**Kaddour, 2013**). Leurs feuilles sont unifoliées et alternes ; ils sont brillantes, simples ou composées de trois folioles, persistantes et ont généralement un pétiole ailé , Les branches sont souvent pourvues d'épines de tailles variables (**Gmitter et al., 2007**), elles sont disposées de manière éparsée ou opposée. Elles ont en commun la présence de glandes oléifères qui se manifestent comme des points translucides. Toutes les parties de la plante contiennent également des tissus qui produisent des huiles essentielles à l'odeur aromatique. (**Courboulex & Lorrain, 1998**)

Les fleurs sont parfumées, généralement blanches mais parfois pigmentées en rose ou en violet, parfaites avec 5 pétales et 5 sépales, et se présentent solitaires ou en courtes cymes (**Gmitter et al., 2007**), elles sont hermaphrodites de 20 à 40 étamines entourant l'ovaire fixé sur un disque nectarifère ; et généralement régulières et sont composées de 4 ou 5 pétales blancs, souvent libres. L'androcée est obdiloclée et les carpelles sont fusionnés pour former un gynécée avec un ovaire pluriloculaire supérieur, parfois inférieur (**Courboulex & Lorrain, 1998**). Les feuilles et fleurs produisent des essences ayant une odeur caractéristique (**Dugrand-Judek, 2015**).

1.5.1. Morphologie et anatomie du fruit

Les agrumes présentent une grande diversité de tailles et de formes selon les variétés (**Dugrand-Judek, 2015**) ; Ils sont présents de novembre à mars (**Kaddour, 2013**). Tous les fruits des agrumes ont la même structure, seuls la dimension et la forme changent d'une espèce à une autre. Le fruit est composé de deux parties : la peau également appelée péricarpe et la pulpe appelée aussi endocarpe. L'albédo quant-à-lui représente la partie interne de la peau composée de tissus spongieux de couleur blanchâtre. Au milieu de l'endocarpe se trouve l'axe central du fruit qui est entouré par les segments (**Kheffi, 2015**). Pour **Curk et al., (2022)**, il est clair que les fruits ou baies de type hespéridé à pulpe acide caractérisée par l'organisation physiologique suivante :

- une partie externe appelée peau dont la couche externe (épicarpe) nommée flavédo (aussi appelé zeste) renferme de nombreuses vésicules pleines d'huile très odorante appelée huile essentielle et une partie interne d'épaisseur variable (de 1mm à plusieurs cm) généralement de couleur blanche appelée albédo (parfois appelé **ziste**).
- une partie interne structurée en quartiers issus des carpelles, entourés d'une fine peau (endocarpe) où s'agglomèrent des vésicules à jus riches en eau, acides organiques, sucres,

pigments (caroténoïdes et parfois anthocyanes) et sels minéraux ; chaque quartier peut contenir des pépins positionnés proches de l'axe du fruit.

- l'axe du fruit qui peut être creux ou plein d'un tissu équivalent à celui de l'albêdo (columelle) et parfois même absent quand les quartiers sont jointés à leur base.

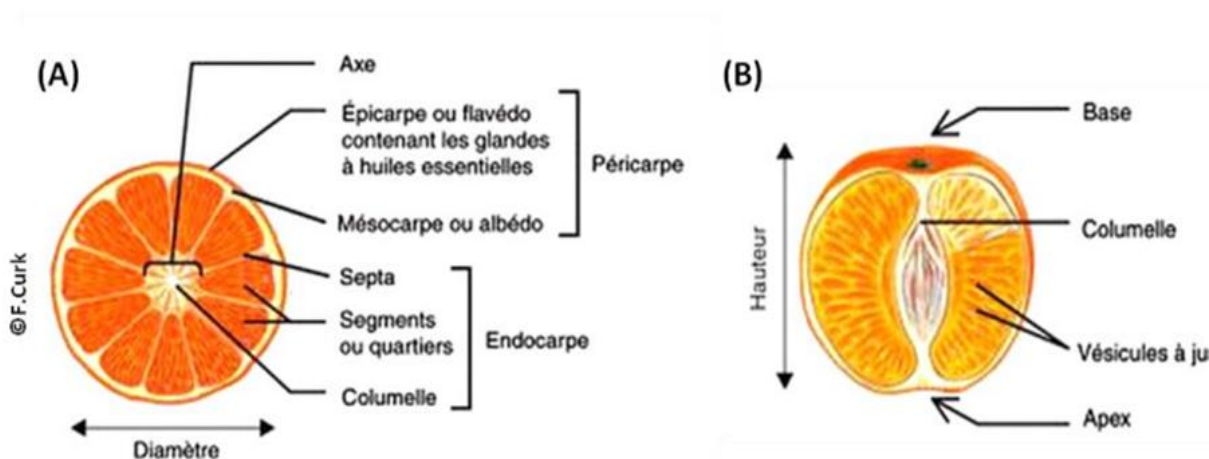






Figure 7. Coupes transversale (A) et longitudinale (B) schématisques d'une clémentine (Curk et al., 2022).






1.6 Stades phénologiques repères des agrumes





La phénologie consiste à observer les événements périodiques annuels dans le règne vivant. Cette discipline s'avère particulièrement précieuse pour les arboriculteurs. En effet, en comprenant le stade de croissance de leurs cultures, ils peuvent déterminer les actions à entreprendre. Par exemple, pour les agrumes, une connaissance précise des stades phénologiques permet d'intervenir au moment opportun en observant simplement les arbres, en suivant un plan de traitement préétabli (Agusti et al., 1997).

Tableau 4. Stades phénologiques repères des agrumes selon l'échelle BBCH (Agusti et al., 1997).

Stade principal	Définition	photographie
Stade principal 0 : développement des bourgeons	Dormance : les bourgeons des feuilles et des inflorescences sont indifférenciés, fermés et recouverts d'écailles vertes. Début du gonflement des bourgeons Fin du gonflement des bourgeons : les écailles vertes sont légèrement séparées. début de l'éclatement des bourgeons les primordiums foliaires sont visibles	

<p>Stade principal 1 : développement des feuilles</p>	<p>les premières feuilles se séparent: les écailles vertes s'ouvrent légèrement et les feuilles sortent les premières feuilles sont visibles' d'autres feuilles sont visibles mais n'ont pas encore atteint leur taille finale les premières feuilles ont atteint leur taille finale</p>	
<p>Stade principal 3: développement des pousses</p>	<p>début de la croissance des pousses: l'axe de la pousse devient visible les pousses ont atteint environ 20% de leur taille finale les pousses ont atteint environ 90% de leur taille finale</p>	
<p>Stade principal 5: développement de l'innescence</p>	<p>gonflement des bourgeons de l'inflorescence: les bourgeons sont fermés, des écailles vert clair apparaissent éclatement des bourgeons: les écailles s'écartent et laissent apparaître certaines parties du bourgeon les fleurs sont visibles, mais encore fermées (boutons verts), elles sont distribuées d'une façon isolée ou en raceme, dans des inflorescences avec ou sans feuilles</p>	

	<p>les pétales s'allongent les sépales entourent la moitié de la corolle (stade bouton blanc)</p> <p>les sépales sont ouverts: la pointe des pétales, toujours fermés, est visible; les fleurs ont des pétales blancs ou pourpres</p> <p>la pulpart des fleurs forment avec leurs pétales un ballon creux et allongé</p>	
<p>Stade principal 6: la floraison</p>	<p>les premières fleurs sont ouvertes</p> <p>début de la floraison: environ 1096 des fleurs sont ouvertes</p> <p>pleine floraison: environ 5096 des fleurs sont ouvertes.</p> <p>Les premiers pétales sont tombés</p> <p>les fleurs sont flétries: la majorité des pétales sont tombés</p> <p>fin de la floraison: tous les pétales sont tombés</p>	  
<p>Stade principal 7: développement du fruit</p>	<p>nouaison du fruit: début du grossissement de l'ovaire;</p> <p>début de la chute de jeunes fruits</p> <p>le fruit vert est entouré par les sépales en forme d'une couronne</p>	

	<p>quelques fruits jaunissent: début de la chute physiologique des fruits</p> <p>le fruit de couleur vert foncé a atteint environ 40% de sa taille finale: fin de la chute</p> <p>le fruit a atteint environ 90% de sa taille finale</p>	
<p>Stade principal 8: maturation du fruit et de la graine</p>	<p>début de la coloration du fruit (changement de couleur)</p> <p>le fruit est assez mûr pour être cueilli, bien qu'il n'a pas encore atteint la couleur spécifique à la variété</p> <p>la maturation est avancée: intensification de la coloration spécifique à la variété</p> <p>le fruit a atteint la maturité demandé pour la consommation avec son goût et sa consistance caractéristiques.</p> <p>Début de la sénescence et de l'abscission du fruit</p>	 
<p>Stade principal 9: sénescence, début de la dormance</p>	<p>fin de la croissance des tiges; le feuillage est entièrement vert</p> <p>les vieilles feuilles débutent leur sénescence et commencent à chuter</p> <p>periode de repos hivernal</p>	

1.7. Cycle végétatif des agrumes

Le cycle de croissance des agrumes est annuel et se caractérise généralement par l'émergence de trois poussées de sève distinctes au cours de l'année. La première phase débute au printemps, vers la fin de février, après une période de ralentissement de la croissance. Pendant un peu plus de deux mois, de nouvelles pousses feuillues se forment, parmi lesquelles certaines donneront des fruits ; les boutons floraux et les fleurs font leur apparition de fin mars au début mai. Cette première poussée de sève est cruciale en termes de développement végétatif. En été, l'activité végétative est moins intense en événements(**Kaddour, 2013**).

1.8. Principales variétés d'agrumes

1.8.1. Petits agrumes

1.8.1.1. Clémentine : La clémentine est un agrume qui a été développé au début du XXe siècle et qui a été nommé en l'honneur du Père Clément, son créateur, par la Société Algéroise d'Agriculture (**Curk ,2014**). Son succès, très notable en Méditerranée, est lié aux caractéristiques intéressantes des fruits associées à une longue période de commercialisation. En effet, les clémentines sont présentes sur les marchés de l'hémisphère nord de la fin septembre à la fin février, grâce aux différents cultivars (**Imbert, 2014**).



1.8.1.2. Nova : Présent sur les marchés de mi-novembre à janvier, ce fruit de taille moyenne est le résultat d'un croisement entre la clémentine commune et le Tangelo. Il se distingue par des caractéristiques attrayantes : une coloration prononcée de son écorce, une pulpe d'un orange profond, tendre, juteuse, sans pépins, offrant une saveur sucrée et peu acide. Cependant, il est essentiel de le récolter rapidement pour éviter tout gonflement de son écorce. Ce fruit est largement cultivé en Espagne (Clemenvilla), en Palestine (Suntina) et au Maroc (**Imbert, 2014**).



1.8.1.3. Minneola : Il s'agit d'un fruit hybride entre la tangerine et le pomelo, qui se distingue par sa forme ronde et sa protubérance prononcée sur le dessus. Sa peau est très lisse et d'une couleur rouge-orange intense. La chair, avec peu de pépins, a une saveur unique. Ce type de fruit est principalement cultivé en Palestine et en Turquie (**Imbert, 2014**).



1.8.2. L'Orange

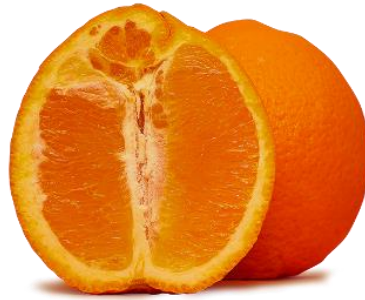
Le terme « orange » dérive du mot « nar » signifiant parfum, puis « naranga » en sanskrit, qui a été adopté en persan puis en arabe, donnant ainsi « naranja » en espagnol ou « arancia » en italien, pour finalement devenir « orange » en anglais et en français. Cette évolution a probablement été influencée par le nom de la ville d'Orange et la couleur de l'or. Il est intéressant de noter que c'est le fruit lui-même qui a donné son nom à la couleur, et non l'inverse (**Curk, 2014**).

1.8.2.1. Valencia late : D'origine des Açores, la Valencia Late est la variété la plus largement cultivée à l'échelle mondiale. Cette variété de citron de taille moyenne, qui mûrit tardivement, a une forme légèrement ovale. Sa peau, fine et bien colorée, a une texture légèrement granuleuse. La pulpe est très juteuse et contient généralement de 2 à 4 pépins. Elle est également connue sous les noms de Maroc Late (originaire du Maroc) et de Jaffa Late (originaire d'Israël) (**Imbert, 2014**).



1.8.2.2. Navel : Il s'agit d'une orange à dessert, de forme ronde à ovale, avec un ombilic très prononcé. Sa peau est granuleuse, relativement fine et bien colorée. La chair est croustillante, délicate et légèrement juteuse. Les variétés précoces (*Naveline*) et tardives

(*Navelate, Lane Late*) qui en découlent permettent au groupe des Navel d'être disponible sur les marchés de l'hémisphère nord d'octobre à mai (**Imbert, 2014**).



1./2.3. Maltaise : Cette orange de haute qualité, avec sa couleur pigmentée distinctive, est principalement cultivée dans la région du Cap Bon en Tunisie. C'est là que le sol et le climat uniques permettent à cette variété d'exprimer pleinement toutes ses caractéristiques exceptionnelles. De taille moyenne et légèrement ovale, cette orange a une écorce douce, légèrement granuleuse et facile à peler. Sa chair est tendre, très juteuse et moins colorée que d'autres variétés sanguines. Son goût est remarquable, combinant une douceur délicate avec une acidité équilibrée qui en fait une expérience gustative unique (**Imbert, 2014**).



1.8.2.4. Salustiana : Cette orange blonde à jus, très appréciée en Espagne, est de taille moyenne à grosse. Sa peau, d'épaisseur modérée, présente de fines granulations. Sa pulpe est tendre, sucrée et possède une saveur très plaisante. De plus, elle est sans pépins (**Imbert, 2014**).



I.8.3. Le Citron

1.8.3.1. Eureka : Cette variété, rarement cultivée en Méditerranée, représente la majeure partie de la production mondiale. Elle est largement répandue dans l'hémisphère sud. Le fruit, de taille moyenne, a une forme elliptique à oblongue et se termine par un mamelon moyennement développé et fin à la base. Sa peau est fine à moyennement épaisse. Sa pulpe, généralement sans pépins, est riche en jus avec une acidité élevée (Imbert, 2014).



1.8.3.2. Fino : Ce type de variété, largement cultivé en Espagne, est principalement répandu dans la région de Murcie. Les fruits ont une forme régulière, soit sphérique soit ovale. Comparé au Verna, ce cultivar a un pédoncule plus court. Sa peau est fine et lisse, et sa chair, contenant entre 5 et 8 graines, est plus juteuse que celle du Verna. (Imbert, 2014).



1.8.3.3. Verna : Ce fruit a une taille moyenne à grande et présente un mamelon large à la base qui est très développé. Sa peau est rugueuse et plutôt épaisse. Bien que le jus soit assez acide, le rendement à l'extraction est seulement moyen. Il s'agit d'une des variétés principales en Espagne (Imbert, 2014).



1.8.3.4. Limes : Le terme « limon », qui auparavant faisait référence aux citrons acides, est arrivé en France au XIV^e siècle en provenance de l'italien « limone », après un voyage de l'Asie vers l'Europe. En sanskrit, « nimbû » désigne un type d'agrumes, ce qui a donné « limûn » en persan et « laymûn » en arabe, qui a ensuite donné « lima » en espagnol (**Curk , 2014**).

La lime Tahiti, également connue sous le nom scientifique de *Citrus latifolia*, est la variété de lime acide la plus courante en raison de sa triploïdie. Sa peau varie du vert jaune au jaune pâle et renferme une huile essentielle reconnaissable à son parfum distinctif. Sa chair, souvent sans pépins, est de couleur jaune-vert et offre un jus très acide. En revanche, la lime mexicaine, ou *Citrus aurantifolia*, est moins présente sur le marché en raison de sa forte teneur en pépins (**Imbert, 2014**).



1.9. Étude physico-chimique des agrumes

1.9.1. *Citrus limon* (Citronnier)

1.9.1.1. Origine Le citronnier aurait ses origines sur le versant sud de l'Himalaya avant de se répandre dans les régions méditerranéennes et les pays chauds. Le nom limonum dérive du sanskrit nimbuuka, limbuuka. Pendant la famine de Babylone, les Hébreux ont appris à le cultiver et l'ont importé en Palestine. Avec l'avènement de l'Empire romain en Orient, sa culture a été introduite à Rome même, sous les noms de kitria et citreum chez Cloanzius Verus et Oppius, puis *Citrus* dans l'édit de Dioclétien (**Goetz, 2014**).

19.1.2. Description botanique : Le citronnier, appartenant à la famille des *Rutacées*, peut atteindre une hauteur de 2,5 à 3 mètres. Ses fruits sont jaunes et de forme ovoïde. Les feuilles de couleur verte sont oblongues et lancéolées. Les fleurs du citronnier ont des pétales blancs avec une teinte violacée, regroupés en petits ensembles. Le fruit, quant à lui, est oblong, ovoïde et pointu, mesurant entre 8 et 12 cm de long. À maturité, sa couleur verte vire au

jaune. Sa pulpe est acide, et son écorce épaisse contient une essence à l'odeur caractéristique. Les graines à l'intérieur ont des cotylédons blancs (Goetz, 2014).

Tableau 5. Constituants chimiques principaux (Goetz, 2014).

Matière	Famille de constituants	Constituants chimiques
Jus	Flavanones Citroflavonoïdes	500 µg/ml de naringine et d'hespéridine (faite d'une flavanone l'hespéretine et le disaccharide-rutinoside) ériodictyol 7-rutinoside, citroflavonoïdes, caroténoïdes, nobilétine
	Acides organiques	14 à 18 g d'acide citrique/l 0,8 à 0,15 g d'acide malique/l
	Hydrates de carbone	0,7 à 1,1 g de saccharose/l 3,6 à 4 g de glucose, lévulose, etc.
	Vitamines	53,0 mg/l de vitamine C (acide ascorbique) 90 unités internationales de vitamines A et bêtacarotène (provitamine A) Traces de vitamines B1, B2 et B3 ou P, P
	Minéraux et matières générales	Sodium, calcium : 26 mg ; phosphore : 138 mg ; silicium, cuivre, phosphore : 16 mg ; manganèse, zinc : 0,06 mg Protéines : 1,10 g ; lipides : 0,30 g ; glucides : 9,32 g ; sucres simples : 2,50 g

Peau de citron	Huile essentielle	90 % D-limonène (monoterpène cyclique) 0,4 %, bêtapinène (11,58 %), gammaterpinène (9,28 %), sabinène (1,83 %), alphapinène (1,75 % 3 à 5 %) citronellal, alphaterpinéol, linalyl-acétate, acétate de géranyl, coumarine et autres constituants mineurs
----------------	-------------------	---

1.9.1.3. Toxicité : Comme l'explique **Kim (2013)** l'effet pro-oxydant des citroflavanones a été démontré par Constantin concernant les citroflavanones. En effet, ses études conduisent à ce que les citroflavanones sont capables de donner plus un effet pro-oxydant en oxydant les acides gras hépatiques. En présence de radicaux phénoxyliques et de peroxyde radical ;

- le citron augmente l'effet de fluidifiant comme le fluidione
- effets phototoxiques du bergaptène
- irritation cutanée en relation avec le limonène.

1.9.2. *Citrus reticulata* (La mandarine)

1.9.2.1. Origine/Distribution : Il est probable que la mandarine soit originaire du sud-est de la Chine et/ou du sud du Japon. Elle est largement cultivée dans divers pays tels que la Chine, Taïwan, l'Inde, le Sri Lanka, le Myanmar, le Japon, Java, la Thaïlande, le Vietnam, l'Australie et les Philippines. Son introduction en Europe ne s'est produite qu'au début du XIXe siècle. Aux États-Unis, la culture commerciale des mandarines s'est principalement développée en Alabama, en Floride et au Mississippi, et dans une moindre mesure au Texas, en Géorgie et en Californie. Le Mexique et le Brésil possèdent également d'importantes plantations de mandarines (**Usman & Fatima, 2018 ; Lim, 2012**)

1.9.2.2. Botanique : Un petit arbre à feuilles persistantes qui peut atteindre une hauteur et une largeur de 3 à 5 mètres, possède de nombreux rameaux épineux. Les feuilles sont simples, mesurant entre 6 et 8 cm de long, de forme lancéolée à elliptique-lancéolée, avec des bords dentelés, une base largement en forme de coin, un sommet émarginé et un pétiole étroitement ailé. Les fleurs, blanches, sont bisexuées et regroupées en fascicules axillaires

de 1 à 3. Le fruit a une forme subglobuleuse, oblongue ou pyriforme, mesurant de 5 à 9 cm de large. Sa peau verte devient brillante jaune vif, orange à rouge-orange, avec des glandes huileuses enfoncées. Elle peut être lisse, rugueuse ou verruqueuse, mince ou épaisse, et se détache facilement de la chair qui est divisée en 7 à 14 segments. Les petites poches de pulpe peuvent être dodues, courtes, rarement allongées. Les graines sont généralement ovoïdes, lisses, avec une base arrondie et un sommet étroit et pointu (Lim, 2012).

1.9.2.3. Propriétés nutritives : Les informations nutritionnelles des mandarines fraîches et crues (aussi appelées oranges mandarines) pour une portion comestible de 100 g sont les suivantes : eau 85,17 g, valeur énergétique 53 kcal, protéines 0,81 g, matières grasses totales 0,31 g, cendres 0,38 g, glucides 13,34 g, fibres alimentaires totales 1,8 g, sucres totaux 10,58 g, dont 6,05 g de saccharose et 0,018 g de glucose. Elles contiennent également du bêta-carotène, de l'alpha-carotène, de la bêta-cryptoxanthine et de la lutéine + zéaxanthine. En ce qui concerne les acides aminés, on retrouve du tryptophane, de la thréonine, de l'isoleucine, de la leucine, de la lysine, de la méthionine, de la cystine, de la phénylalanine, de la tyrosine, de la valine, de l'arginine, de l'histidine, de l'alanine, de l'acide aspartique, de l'acide glutamique, de la glycine, de la proline et de la sérine (USDA, 2011).

1.9.3 *Citrus sinensis* (L'orange douce)

1.9.3.1. Botanique : L'orange douce est un petit arbre à feuilles persistantes qui peut atteindre 7,5 m de hauteur, voire 15 m dans certaines conditions. Ses feuilles coriaces et persistantes présentent différentes formes, allant de l'elliptique à l'oblong et à l'ovale, mesurant de 6,5 à 15 cm de long et de 2,5 à 9,5 cm de large, souvent avec des ailes étroites sur les pétioles. Les fleurs blanches parfumées de l'orange poussent soit isolément, soit en verticilles de 6, mesurant environ 5 cm de large, avec 5 pétales et 20-25 étamines jaunes. Le fruit se compose du péricarpe externe, appelé flavedo ou épicarpe, principalement constitué de cellules parenchymateuses et de cuticule. La partie externe, appelée flavedo, présente une couleur jaune, verte ou orange caractéristique (Etebu & Nwauzoma, 2014).

1.9.3.2. L'origine : L'origine génétique de l'orange douce n'est pas claire, bien qu'il soit believed qu'elle dérive de l'hybridation interspécifique de certaines espèces d'agrumes primitives. Ainsi, ses nombreux cultivars sont regroupés en quatre grandes catégories ou variétés en fonction de leur origine et de leur goût. Les oranges navels, nommées en raison de leur forme, sont originaires d'une mutation unique dans un monastère brésilien en 1820. Il existe trois types d'oranges sanguines : *moro*, *tarocco* et *sanguinello*, chacune différant par

le goût, la taille et l'origine. Les oranges sanguines sont utilisées pour faire des sorbets, de la marmelade et des boissons. L'orange de Séville est un type d'orange amère, principalement cultivée autour du Méditerranée. Elle est utilisée pour faire de la marmelade, des liqueurs et du vin. L'orange amère Chinotto est principalement cultivée en Italie en tant que l'un des principaux ingrédients de nombreux vins et boissons gazeuses italiens (Etebu & Nwauzoma, 2014).

Les oranges douces se divisent en trois groupes : les oranges sanguines, les oranges Navel et les oranges communes. Tous les autres cultivars appartiennent au groupe commun des oranges. Le cultivar le plus important de ce dernier groupe est le Valencia en raison de son adaptabilité, de son abondant jus de couleur excellente, de son bon goût et de sa rareté en graines. En général, les oranges se conservent bien sur l'arbre et ont donc une saison de récolte prolongée (Baldwin, 1993).

Tableau 6. Composition nutritionnelle de l'orange douce (Base de données USDA sur les nutriments, 2014)

Composition	Montant
Énergie	197 kJ (47 kcal)
Matières grasses	9 g (0,35 %)
Protéines	2,4 g
Eau	0,12 g
Fibres	0,94 g
Équivalent	86,75 g
Vitamine B6	11 mg (10 %)
Vitamine B9	0,087 mg (80 %)
itamine A	0,04 mg
Riboflavine	0,282 mg (20 %)
Niacine (vitamine B3)	0,25 mg (50 %)
Acide pantothénique (vitamine B5)	0,06 mg (50 %)
Folate (vitamine B9)	30 mg (80 %)
Choline	8,4 mg (20 %)
Vitamine	53,2 mg (64 %)
Vitamine	0,18 mg (40 %)
	0,1 mg (10 %)

Calcium	10 mg (3 %)
Fer	0,025 mg (10 %)
Manganèse	14 mg (20 %)
Phosphore	181 mg (40 %)
Potassium	0,07 mg (10 %)
Zinc	

Chapitre II
Les huiles
essentielles
des agrumes



CHAPITRE II. LES HUILES ESSENTIELLES

Les plantes aromatiques étaient utilisées de différentes manières : brûlées, infusées ou macérées dans des huiles végétales, Les huiles essentielles sont extraites des sécrétions naturelles présentes dans différentes parties des plantes telles que les fleurs, les feuilles, les fruits et l'écorce (**Kaloustian & Hadji-Minaglou, 2012**)

Depuis l'Antiquité, il est établi que les huiles essentielles (HE) possèdent des propriétés antiseptiques significatives. Leur utilisation est répandue dans divers secteurs tels que la pharmacie, la cosmétique et l'agro-alimentaire. À la fin du XIXe et au début du XXe siècle, plusieurs études scientifiques ont documenté l'effet antiseptique de différentes huiles essentielles (**Amarti et al., 2008**).

Les huiles essentielles sont des composés volatils, naturels et complexes caractérisés par une forte odeur et formés par des plantes aromatiques en tant que métabolites secondaires(**Bakkali et al., 2008**), elles sont obtenues par divers procédés d'extraction, notamment la distillation à la vapeur d'eau et la pression mécanique, Elles contiennent une variété de composés chimiques, tels que des terpènes, des esters et des alcools, qui leur confèrent des propriétés biologiques diverses (**Djerbal, 2023**), Connues pour leurs propriétés antiseptiques, c'est-à-dire bactéricides, virucides et fongicides, ainsi que pour leurs propriétés médicinales et leur parfum, elles sont utilisées dans l'embaumement, la préservation des aliments et comme remèdes antimicrobiens, analgésiques, sédatifs, anti-inflammatoires, spasmolytiques et anesthésiques locaux. (**Bakkali et al., 2008 ; Djerbal, 2023**) Dans la nature, les huiles essentielles jouent un rôle important dans la protection des plantes en tant qu'antibactériens, antiviraux, antifongiques, insecticides et également contre les herbivores en réduisant leur appétit pour ces plantes. (**Bakkali et al., 2008**).

Malgré leur composition riche et complexe, l'utilisation des huiles essentielles reste large mais limitée aux domaines de la cosmétique et de la parfumerie. Il est important de développer une meilleure compréhension de leur chimie et des propriétés biologiques de ces extraits et de leurs composants individuels pour de nouvelles applications précieuses dans la santé humaine, l'agriculture et l'environnement. Les huiles essentielles pourraient être exploitées comme des alternatives ou des compléments efficaces aux composés synthétiques

de l'industrie chimique, sans induire les mêmes effets secondaires. (Dhifi et al., 2016 ; Djerbal, 2023)

2.1. Définitions des huiles essentielles

Kaloustian & Hadji-Minaglou, (2012) définit L'huile essentielle comme un produit parfumé, généralement complexe, obtenu à partir de matière végétale botaniquement définie. Cela peut se faire par entraînement à la vapeur, qui est le procédé le plus courant, par distillation sèche dans quelques cas spécifiques comme l'huile essentielle de cade utilisée en dermatologie, ou par un procédé mécanique approprié sans chauffage pour les agrumes du genre Citrus. La matière végétale utilisée peut être fraîche, flétrie, sèche, entière, pulvérisée ou contusée.

Pour les huiles essentielles, la définition établie par **la Commission de la pharmacopée européenne (CPE)**, une huile essentielle est définie comme un produit odorant, généralement complexe en composition, qui est obtenu à partir d'une matière première végétale spécifiquement définie sur le plan botanique. Ce produit peut être extrait par différents moyens tels que l'entraînement à la vapeur d'eau, la distillation sèche ou un procédé mécanique approprié sans chauffage. Généralement, l'huile essentielle est séparée de la phase aqueuse par un procédé physique qui n'altère pas significativement sa composition." (AFSSAPS, 05/08).

2.2. Historique

Depuis l'Antiquité, les huiles essentielles extraites de ces plantes ont été utilisées pour divers usages, que ce soit pour des rituels religieux en Égypte à l'époque des pharaons ou pour parfumer le corps à une époque où les salles de bains et l'eau courante n'étaient pas encore disponibles, afin de masquer les odeurs corporelles, notamment à la cour du roi Louis XIV. En médecine traditionnelle, les huiles essentielles ont été utilisées pour des traitements. À partir du XIXe siècle, de nombreux composés odorants des huiles essentielles ont été identifiés et isolés, ce qui a conduit à leur utilisation spécifique dans divers domaines.

Ces dernières sont de plus en plus répandues, que ce soit dans l'industrie des parfums, des produits cosmétiques, des médicaments spécialisés ou même dans l'alimentation en tant qu'agents aromatiques.

La popularité des huiles essentielles s'explique par plusieurs facteurs. Initialement, les consommateurs sont attirés par leur parfum agréable avant même d'en évaluer les effets sur le corps humain. De nos jours, il est courant que les pharmaciens prescrivent des molécules

considérées comme « actives » pour traiter diverses affections. Cependant, il existe un mouvement en faveur du retour à la nature, ou à la « naturalité », qui pousse les consommateurs à privilégier les produits végétaux naturels, de préférence exempts de pesticides. Il est essentiel de les sensibiliser au fait que l'idée répandue selon laquelle « le produit naturel ne peut pas être nocif car il est naturel, contrairement au produit de synthèse où la chimie caractérise le toxique » est trompeuse. (Kaloustian & Hadji-Minaglou, 2012).

2.3. Types d'huiles essentielles

Kaloustian, 2012 ; Kaloustian & Hadji-Minaglou, 2012 ont démontré qu'il existe diverses catégories d'huiles essentielles : L'huile essentielle déterpénée se réfère à une huile essentielle qui a été partiellement ou totalement dépourvue des hydrocarbures monoterpéniques. D'autre part, l'huile essentielle déterpénée et dès ses qui terpénée fait référence à une huile essentielle partiellement dépourvue des hydrocarbures mono- et sesquiterpéniques. En ce qui concerne l'huile essentielle rectifiée, il s'agit d'une huile essentielle qui a été soumise à une distillation fractionnée dans le but d'éliminer des composants toxiques ou non souhaités. Enfin, une huile essentielle privée de "X" est une huile essentielle qui a subi une séparation partielle ou totale d'un composant "X" par des moyens physiques tels que la cristallisation ou la distillation, Par exemple, l'huile essentielle de menthe (*Mentha arvensis*) peut être traitée de cette manière.

2.4. Méthodes d'extraction et de distillations des huiles essentielles

L'extraction d'une l'huile essentielle est nécessairement une opération complexe et délicate. Pour mesurer la difficulté de l'entreprise, il suffit de garder présente à l'esprit la rapidité avec laquelle se dégage, puis disparaît ou se dénature, le parfum d'une fleur, même la plus odorante, lorsqu'on en a froissé les pétales. Plusieurs techniques d'extraction ont été développées pour distiller les molécules terpéniques des plantes utilisées en parfumerie. Ces méthodes peuvent entraîner la perte de certains éléments, la dégradation de composés insaturés par la chaleur ou l'hydrolyse, ainsi que la présence de résidus de solvants organiques potentiellement toxiques (Boukhatemet *al.*, 2019).

▪ Principaux paramètres d'extraction

Dans les opérations fondamentales d'extraction de matières premières naturelles aromatiques, il est essentiel de considérer plusieurs paramètres importants : la volatilité, la

solubilité, la taille et la forme des molécules constitutives, ainsi que l'adsorption. (PEYRON, 1992)

Il existe des méthodes traditionnelles et innovantes pour extraire et distiller les huiles aromatiques et les essences végétales.

2.4.1. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau

Cette méthode est reconnue comme l'une des approches officielles pour extraire les huiles essentielles. Elle implique la condensation des vapeurs saturées en composés volatils, suivie de leur décantation dans un essencier afin de les séparer en une phase aqueuse et une phase organique (Boukhatem et al., 2019).

Dans cette technique spécifique, la vapeur d'eau produite par une chaudière traverse la matière végétale placée au-dessus d'une grille. Pendant ce processus, les cellules de la matière végétale éclatent, libérant ainsi l'huile essentielle qui se vaporise sous l'effet de la chaleur pour former un mélange d'eau et d'huile essentielle. Par la suite, ce mélange est acheminé vers un condenseur et un essencier où il est séparé en une phase aqueuse et une phase organique (l'huile essentielle). Le fait qu'il n'y ait pas de contact direct entre l'eau et la matière végétale, ni entre l'eau et les molécules aromatiques, permet d'éviter certains phénomènes indésirables tels que l'hydrolyse ou la dégradation qui pourraient altérer la qualité de l'huile obtenue. (Moussa, 2024)

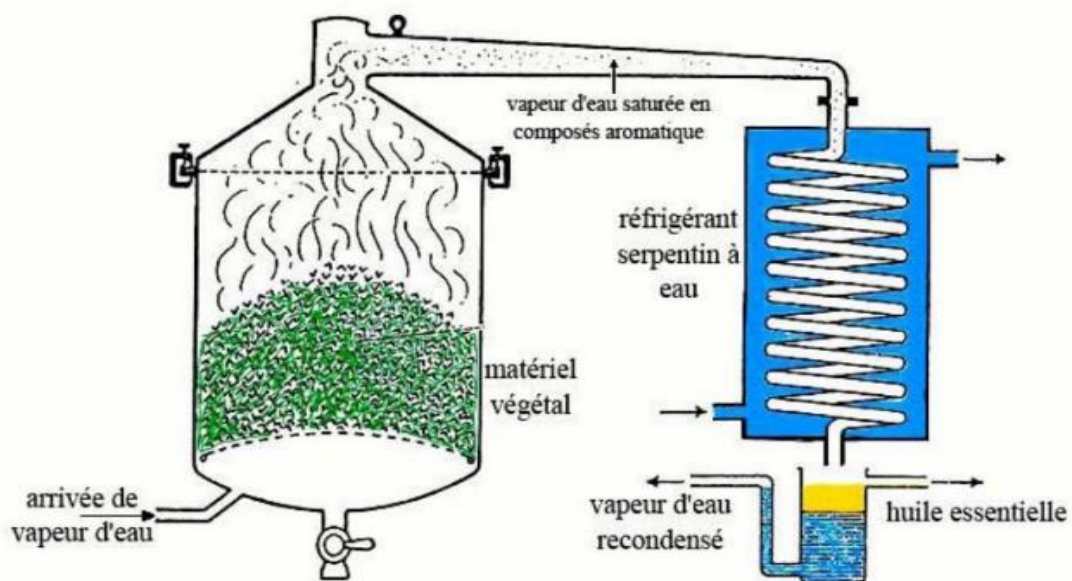


Figure 8. montage d'entraînement à la vapeur d'eau (El Haib, 2011).

2.4.2. Extraction par Hydrodistillation

La méthode la plus simple et la plus ancienne pour extraire les huiles essentielles est l'hydrodistillation, qui demeure la technique la plus couramment utilisée. Lors de ce processus, les composés oxygénés présents dans l'huile essentielle ont une affinité plus forte pour la phase aqueuse que les hydrocarbures, ce qui les conduit à se retrouver dans l'hydrolat. Cette méthode implique l'immersion directe du matériel végétal à analyser, qu'il soit broyé ou intact, dans un alambic rempli d'eau, chauffé à ébullition. Ce processus permet la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales. Ces molécules aromatiques se combinent avec la vapeur d'eau pour former un mélange azéotropique. Les vapeurs résultantes sont ensuite condensées sur une surface froide, où l'huile essentielle se sépare par différence de densité. Le mélange de vapeur, composé de vapeur d'eau et de vapeur d'huile, est ensuite condensé et recueilli (Moussa, 2024).

D'après les recherches de Boukhatem *et al.*, (2019), les paramètres de distillation, en particulier la durée, ont un impact significatif sur le rendement et la composition de l'huile essentielle. La volatilité des composants des huiles essentielles explique les différences de composition entre le produit obtenu par hydrodistillation et le mélange initial présent dans les organes sécréteurs des plantes.

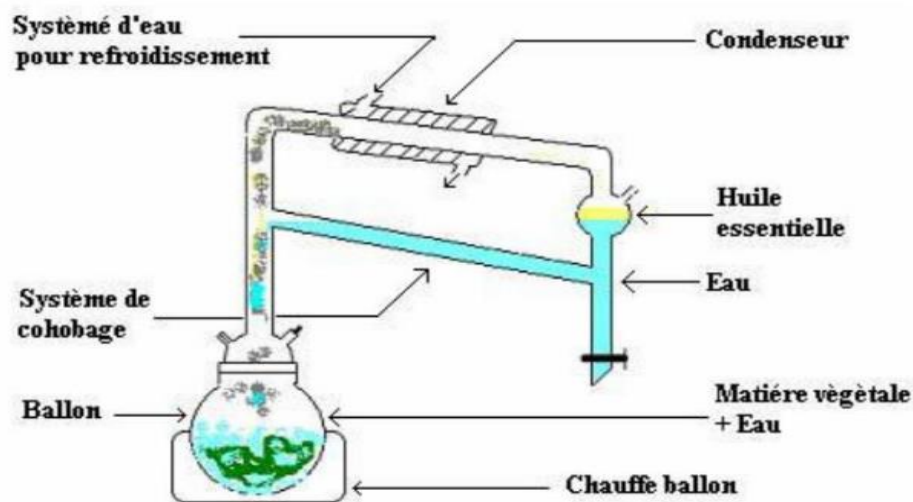


Figure 9. Schéma du dispositif d'hydrodistillation de type Clevenger (Hernandez, 2005).

2.4.3. Extraction assistée par micro-ondes

Il s'agit d'une méthode d'analyse innovante et écologique récemment développée ; Cette méthode repose sur le même principe que la distillation simple, à la différence que le chauffage du ballon contenant le matériau végétal et le solvant (eau ou solvant organique) est réalisé à l'aide de micro-ondes. Pour être plus précis, l'extraction peut se faire en utilisant un solvant qui absorbe fortement les micro-ondes (comme le méthanol) pour extraire des composés polaires, ou en utilisant un solvant qui ne les absorbe pas (comme l'hexane) pour extraire des composés apolaires. Le procédé d'extraction par micro-ondes appelée " Vacuum Microwave Hydro distillation (VMHD)" Consiste à extraire l'huile essentielle à l'aide d'un rayonnement micro-ondes d'énergie constante et d'une séquence de mise sous vide (Moussa, 2024).

Ce procédé présente l'avantage de réduire significativement la durée de distillation et d'augmenter le rendement. Jusqu'à présent, aucun développement industriel n'a été mis en place. La distillation assistée par micro-ondes est actuellement l'objet de nombreuses études et continue d'être améliorée en raison de ses nombreux avantages : respect de l'environnement, économie d'énergie et de temps, coût initial réduit, et réduction des dégradations thermiques et hydrolytiques (Boukhatem et al., 2019).



Figure 10. montage d'extraction par micro- ondes Chernat et al., (2004)

2.4.4. Expression à froid

Cette technique d'extraction, connue sous le nom de "pression à froid", est considérée comme la plus simple mais aussi la plus limitée car elle est spécifiquement utilisée pour extraire les composés volatils des écorces des agrumes en les déchirant à l'aide d'un traitement mécanique. Elle implique la rupture ou la dilacération des parois des sacs oléifères présents dans le mésocarpe situé juste sous l'écorce du fruit, l'épicarpe, afin de collecter leur contenu inchangé. Après avoir éliminé les déchets solides, l'huile essentielle est séparée de

la phase aqueuse par centrifugation. Le liquide ainsi obtenu est recueilli à l'aide d'un courant d'eau et présente une odeur très similaire à celle de la plante fraîche, d'où son appellation "essence". (Moussa, 2024 ; Boukhatem et al., 2019)

2.4.5. Extraction par solvant organique

Le processus d'extraction implique de laisser la plante macérer dans un solvant froid pour permettre aux substances odorantes de se dissoudre dans le solvant. L'extraction est effectuée à l'aide d'un appareil de Soxhlet, et les solvants les plus couramment utilisés actuellement sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol, et moins fréquemment le dichlorométhane et l'acétone. Il est essentiel que le solvant choisi soit approuvé et qu'il soit stable face à la chaleur, à la lumière et à l'oxygène. Il est recommandé que le solvant ait une température d'ébullition basse pour faciliter son évaporation, et qu'il ne réagisse pas chimiquement avec l'extrait (Moussa, 2024).

Le recours limité à l'extraction par des solvants organiques volatils est expliqué par ses coûts élevés, les problèmes de sécurité et de toxicité associés, ainsi que la réglementation environnementale en vigueur. Néanmoins, cette méthode offre généralement des rendements plus élevés que la distillation et présente l'avantage d'éviter l'hydrolyse causée par la vapeur d'eau (Boukhatem et al., 2019).

2.4.6. Extraction par fluide à l'état supercritique

La méthode d'extraction par fluide supercritique, appelée SFE, se démarque par son caractère innovant grâce à l'utilisation de solvants à l'état supercritique. Ces solvants sont soumis à des conditions de température et de pression spécifiques où ils se trouvent dans un état intermédiaire entre liquide et gazeux, ce qui leur confère des propriétés physico-chimiques uniques, notamment une capacité de solvation accrue. Bien qu'il soit possible d'opter pour différents solvants, le dioxyde de carbone (CO₂) est le plus fréquemment choisi dans 90% des cas, principalement pour des raisons pratiques. Le CO₂ est préféré en raison de sa facilité d'obtention liée à ses pressions et températures critiques relativement basses, de sa faible toxicité, de sa disponibilité en haute pureté à un coût abordable, et de sa facilité d'élimination de l'extrait. La SFE est considérée comme une méthode respectueuse de l'environnement car elle nécessite peu ou pas de solvant organique, ce qui la rend bien plus durable (Boukhatem et al., 2019).

Cette méthode repose sur la capacité des composants à se dissoudre dans le dioxyde de carbone (CO₂) à l'état supercritique, sous des conditions de pression et de température critiques (PC=73,82 bars et TC=31,06°C). L'équipement nécessaire est onéreux et doit être capable de supporter en toute sécurité des pressions allant jusqu'à 300 bars, ce qui permet de libérer les composés aromatiques contenus dans les poches d'essence (Moussa, 2024).

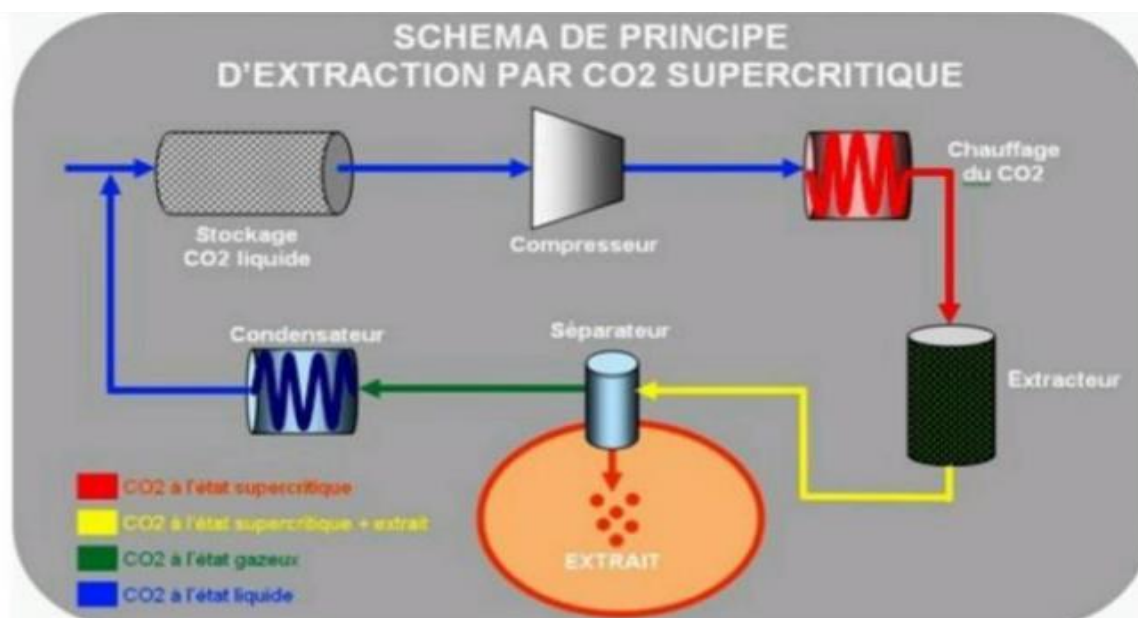


Figure 11 . Schéma de la technique d'extraction par le CO₂ supercritique (Société Hitex).

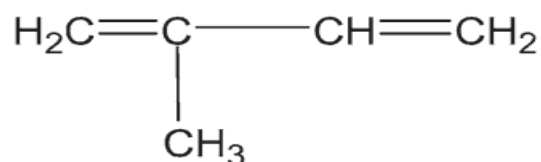
2.5. Chimie des huiles essentielles

La recherche menée par Hanif et al (2019) a révélé qu'il existe plus de 200 composants présents dans le mélange d'huiles essentielles pures. En général, ces mélanges renferment des dérivés de phénylpropane ou des terpènes, qui présentent des similitudes structurales et chimiques minimales. Ces composants peuvent être divisés en deux catégories distinctes :

- **Fraction volatile** : Cette fraction représente entre 90 et 95 % du poids total de l'huile. Elle renferme des monoterpènes, des sesquiterpènes et leurs dérivés oxygénés. En outre, on peut également retrouver des alcools aliphatiques, des esters et des aldéhydes dans cette fraction.
- **Résidu non volatile** : Ce résidu constitue entre 1 et 10 % du poids total de l'huile essentielle. Il contient des acides gras, des hydrocarbures, des stérols, des cires, des flavonoïdes et des caroténoïdes.

- **Hydrocarbure**

Les huiles essentielles contiennent des composés chimiques qui ont le carbone et l'hydrogène comme éléments constitutifs. L'isoprène est l'unité de base hydrocarbonée majeure que l'on trouve dans les huiles essentielles. La structure chimique de l'isoprène est donnée ci-dessous :



- **Terpènes**

Les terpènes sont antiseptiques, anti-inflammatoires, bactéricides et antiviraux par nature. Les terpènes peuvent être classés en sesquiterpènes, monoterpènes et diterpènes. Deux, trois et quatre unités d'isoprène sont jointes tête à queue et forment respectivement des monoterpènes, des sesquiterpènes et des diterpènes. Voici quelques exemples de monoterpènes généraux : pinène, limonène, camphène, pipérine, etc.

- **Alcools**

Les alcools sont antiseptiques, antiviraux, bactéricides et germicides par nature. Naturellement, les alcools peuvent se présenter sous forme libre ou sous forme combinée avec d'autres terpènes ou esters. Les terpènes associés à un groupe hydroxyle sont appelés alcools. Un monoterpène combiné avec un groupe hydroxyle est appelé monoterpénol. Dans le corps ou sur la peau, les alcools sont sûrs à utiliser car ils montrent des réactions toxiques très faibles ou complètement inexistantes. Des exemples de certains alcools courants présents dans les huiles essentielles sont les suivants : linalol dans la lavande et l'ylang-ylang, nérol dans le néroli, et géraniol dans la rose et le géranium.

- **Aldéhydes**

Les aldéhydes sont anti-inflammatoires, antifongiques, antiseptiques, bactéricides, antiviraux, sédatifs et désinfectants. La présence d'aldéhydes dans les huiles essentielles a une grande importance médicale car ils sont efficaces dans le traitement de la candidose et dans de nombreuses autres infections fongiques. Des exemples de quelques aldéhydes courants présents dans les huiles essentielles sont le citral dans le citron, le citronellal dans la mélisse, l'eucalyptus citronné et la citronnelle.

- **Acides**

Les acides sont de nature anti-inflammatoire. Dans les huiles essentielles, les acides organiques sont présents en très petite quantité sous forme libre. Les acides végétaux agissent comme des composants ou des systèmes tampons pour contrôler l'acidité. Par exemple, les acides benzoïque et cinnamique sont présents dans le benzoïn.

- **Esters**

Les esters présents dans les huiles essentielles ont des effets apaisants et équilibrants. Les esters sont des agents antimicrobiens efficaces en raison de la présence d'alcool dans leur structure. Dans le domaine médical, les esters sont caractérisés comme sédatifs et antifongiques, avec une action équilibrante sur le système nerveux. Certains esters courants présents dans les huiles essentielles sont l'acétate de linalyle dans la lavande et la bergamote et le formiate de géranyle dans le géranium.

- **Cétones**

Les cétones sont proliférantes pour les cellules, anti-catarrhales, vulnérantes et expectorantes par nature. Les huiles essentielles (HE) contiennent des cétones et sont considérées comme bénéfiques pour favoriser la cicatrisation des plaies et encourager la formation de tissu cicatriciel. Les cétones sont généralement (mais pas toujours) toxiques par nature. La cétone la plus toxique est la thuyone, que l'on trouve dans la sauge, l'armoise, la tanaïs et les huiles de thuja. D'autres cétones toxiques présentes dans les HE sont le pinocamphone dans les hysopes et le pulegone dans la menthe pouliot. Certaines cétones non toxiques sont le fenchone dans l'huile essentielle de fenouil, le jasmone dans l'huile essentielle de jasmin, la menthone dans l'huile de menthe poivrée et le carvone dans la menthe verte.

- **Lactones**

Les lactones sont de nature antiphlogistique, anti-inflammatoire, fébrifuge et expectorante. Ils sont particulièrement efficaces en raison de leur action anti-inflammatoire.

Ils ont la capacité de réduire la synthèse des prostaglandines et montrent des actions expectorantes plus fortes que celles des cétones.

La composition de l'essence peut beaucoup différer en fonction de divers facteurs tels que la plante productrice, son origine géographique, le climat, l'altitude, la méthode d'extraction et l'expertise du manipulateur (**Poirot, 2016**).

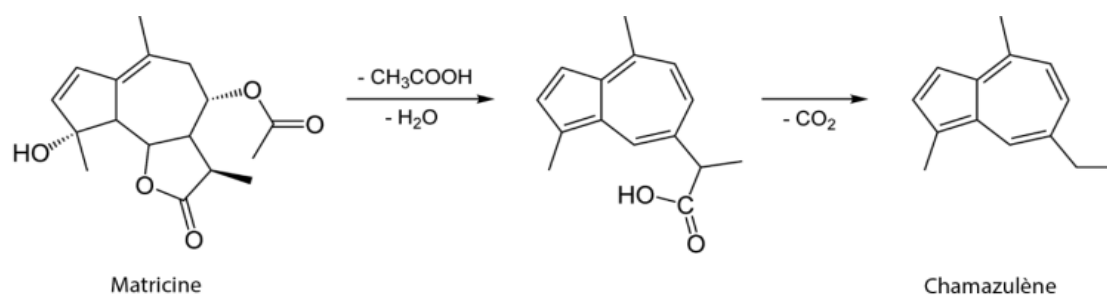


Figure 12. Transformation de la matricine en chamazulène pendant la distillation de *Chamomilla recutita* (Poirot, 2016)

2.6. Propriétés physiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles se présentent généralement sous forme liquide à température ambiante, parfois visqueuse comme l'huile essentielle de myrrhe, ou cristallisée pour celles contenant du camphre. À des températures plus basses, certaines huiles essentielles cristallisent, telles que l'anis (contenant de l'anéthole) et la menthe des champs (menthol), bien que rares soient celles qui se solidifient à froid comme le *Tanacetum annuum* (chamazulène). Contrairement aux huiles végétales, les huiles essentielles sont volatiles, ce qui facilite leur extraction par distillation à la vapeur d'eau. À l'exception de quelques cas particuliers tels que l'écorce de cannelle et le clou de girofle, la densité des huiles essentielles est généralement plus faible que celle de l'eau. Elles ne se mélangent pas dans un environnement aqueux mais se dissolvent dans les solvants organiques courants. De plus, les huiles essentielles ont une activité sur la lumière polarisée, une caractéristique exploitée pour en contrôler la qualité. Le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle permet également de déterminer sa pureté et son caractère naturel. En outre, leur indice de réfraction, noté "n", est élevé. Présentant une gamme de couleurs plus ou moins prononcées, les huiles essentielles offrent un spectre varié : du rouge vif de certaines sarriettes, au bleu de la *Chamomilla recutita*, en passant par le vert clair du *Citrus bergamia*. Il est même possible d'observer les ultraviolets émis par la mandarine sous une lampe UV (Poirot, 2016).

2.7. Effets biologiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles provenant de différentes plantes, comme les fleurs, suscitent un grand intérêt en raison de leurs utilisations dans les activités biologiques, telles que les propriétés antibactériennes, antioxydantes, antifongiques et insecticides (Rassem, 2018).

Une étude des recherches menées par **Djerbal (2023)** indique les effets biologiques des huiles essentielles :

- **Activités pharmacologiques** : Les huiles essentielles possèdent plusieurs propriétés pharmacologiques, notamment des effets antibactériens, antifongiques, antiviraux, et anti-inflammatoires. Ces propriétés en font des candidats utiles dans divers domaines de la santé.
- **Activité antifongique** : Les huiles essentielles montrent une capacité importante à inhiber la croissance de champignons, ce qui les rend utiles dans le traitement des infections fongiques.
- **Activité analgésique** : Certaines huiles essentielles présentent des effets analgésiques, contribuant ainsi à soulager la douleur.
- **Activité antioxydante** : Les huiles essentielles sont également reconnues pour leurs propriétés antioxydantes, qui peuvent protéger les cellules contre les dommages oxydatifs.
- **Activité calmante et relaxante** : De nombreuses huiles essentielles ont des effets apaisants, pouvant aider à réduire l'anxiété et à favoriser la relaxation.
- **Activité stimulante** : Certaines huiles essentielles peuvent avoir un effet stimulant sur le système nerveux, accroissant ainsi l'éveil et l'énergie.
- **Mode d'action antibactérien** : Les huiles essentielles agissent souvent en perturbant les membranes cellulaires des bactéries, les rendant plus perméables et entraînant leur mort. Par exemple, des composés comme le carvacrol et le thymol peuvent rendre la membrane cellulaire bactérienne perméable, ce qui contribue à leur effet bactéricide.

2.8. La toxicité des HE

L'utilisation croissante des huiles essentielles a suscité un intérêt accru parmi la population, mais a également entraîné une augmentation du risque d'intoxication. Cette tendance est clairement illustrée par les données fournies. Chaque année, l'American Association of Poison Control Center (AAPCC) publie un rapport détaillant les cas d'intoxication signalés aux États-Unis, y compris ceux liés aux huiles essentielles. Une analyse de ces données

révèle une augmentation constante du nombre d'expositions, passant de 3 990 cas enregistrés en 1997 à 12 392 cas en 2014, soit plus de trois fois plus (Poirot, 2016).

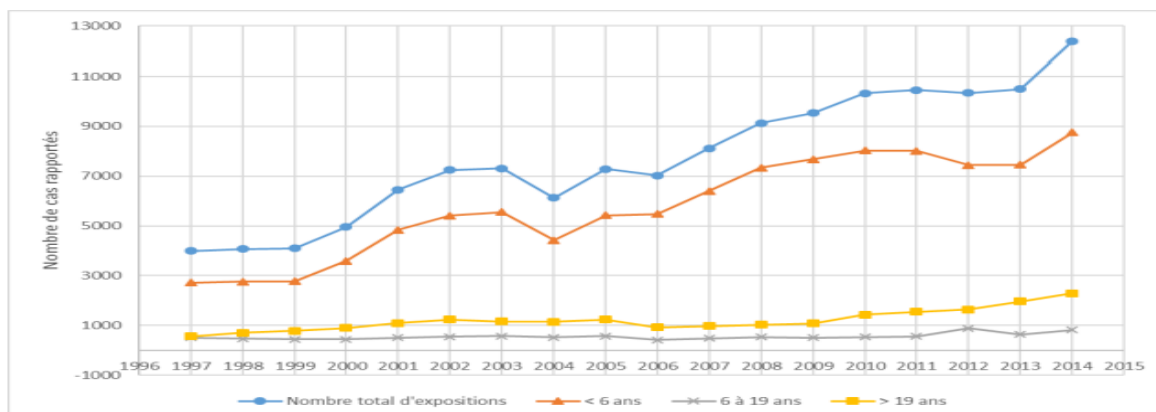


Figure 13. Nombre de cas d'intoxications aux HE rapportés aux USA de 1997 à 2014 Poirot, (2016).

2.9. La localisation et le rendement des huiles essentielles

Les huiles essentielles varient en termes de localisation et de rendement selon les plantes. En général, toutes les plantes ont la capacité de produire des composés volatils, mais généralement en petites quantités. Seulement 10% des espèces végétales sont considérées comme "aromatiques". L'accumulation d'huiles essentielles est une caractéristique présente dans certaines familles de plantes à travers le règne végétal, telles que les gymnospermes comme les *Cupressaceae* (bois de cèdre) et les *Pinaceae* (pin et sapin), ainsi que les angiospermes (Boukhatem et al., 2019).

▪ La localisation

De nombreuses plantes renferment des huiles essentielles, mais les parties des plantes utilisées comme principales sources d'huiles essentielles peuvent varier. Ces parties comprennent les racines, les écorces, les feuilles, les graines, les fruits, entre autres. Les huiles essentielles extraites des plantes sont généralement des mélanges complexes de composés naturels, à la fois polaires et non polaires (Tongnuanchan & Benjakul, 2014)

Les huiles essentielles peuvent être présentes dans toutes les parties des plantes aromatiques, telles que :

- Les fleurs, telles que l'orange, la rose, la lavande, le clou de girofle et les bractées d'ylang-ylang.

- Les feuilles, comme l'eucalyptus, la menthe, le thym, le laurier, la sarriette, la sauge, les aiguilles de pin, ainsi que les racines des arbres, telles que le vétiver.
- Les rhizomes, tels que le gingembre et le drapeau doux.
- Les graines, comme le carvi et la coriandre.
- Les fruits, incluant le fenouil, l'anis et les épicarpes d'agrumes.
- Le bois et l'écorce, tels que la cannelle, le bois de santal et le bois de rose (**Dhifi et al., 2016**). Il n'existe pas de règle générale concernant la localisation des métabolites secondaires tels que les huiles essentielles dans les plantes. Cependant, la plupart des huiles essentielles sont présentes dans des glandes. Ces structures glandulaires et les cellules sécrétrices isolées peuvent être observées dans tous les organes des plantes, qu'ils soient végétatifs ou reproducteurs. Il est possible que différentes catégories de tissus sécréteurs cohabitent simultanément au sein d'une même espèce, voire au sein d'un même organe (**Tefiani, 2015**).

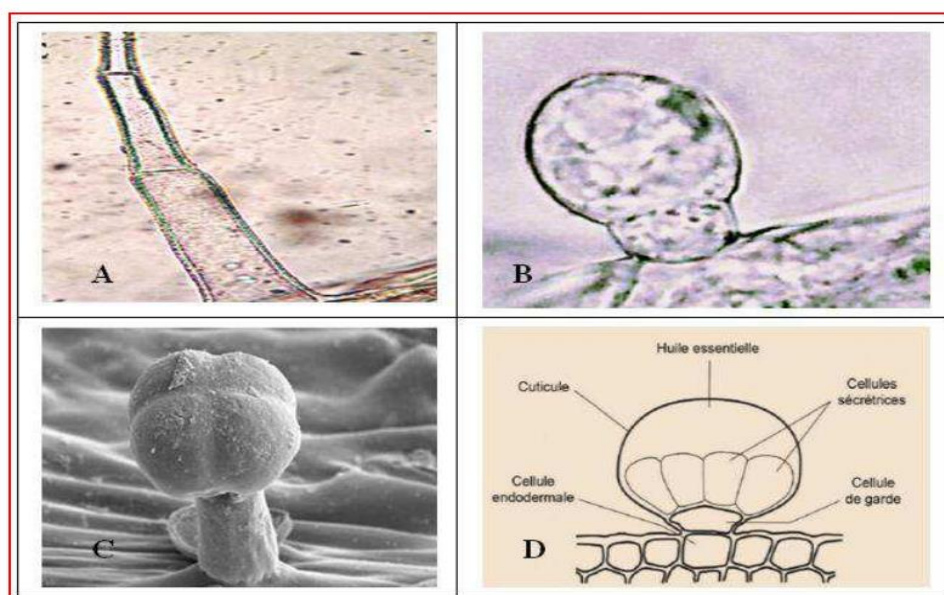


Figure 14. Diversité des structures de sécrétion des huiles essentielles. (A) : poil sécréteur de *Mentha pulegium*, (B) : trichome glandulaire de *Mentha pulegium*, (C) : trichome glandulaire de *Lippia scaberrima* et (D) : structure de trichorne glandulaire de *Thymus vulgaris* (**Tefiani, 2015**).

2.10. Facteurs de variabilités des huiles essentielles

Une huile essentielle reste modulable en fonction des besoins particuliers de la plante. L'influence des facteurs environnementaux tels que la température, l'humidité, la durée d'insolation, le régime des vents, l'altitude, la latitude et la nature du sol sur la composition

chimique et le rendement des huiles essentielles a été étudiée. L'efficacité et la composition chimique des huiles essentielles sont sujettes à des variations en fonction de la méthode d'extraction utilisée. Par ailleurs, il est important de noter que la durée de séchage a un impact significatif à la fois sur le rendement et la composition des huiles essentielles. Il est à noter que la composition chimique des huiles essentielles peut varier au sein d'une même espèce végétale. En effet, une plante aromatique définie botaniquement peut produire une essence présentant des différences biochimiques en fonction de son environnement de croissance. Ces variations chimiques sont couramment désignées sous le terme de « hémotypes », « types biogénétiques », « races chimiques » ou « races biologiques ». D'un point de vue biochimique, il est important de noter que deux hémotypes différents peuvent présenter des activités thérapeutiques et des niveaux de toxicité distincts (Tefiani, 2015).

2.11. Conservation des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des composés extrêmement sensibles qui sont sujets à une altération facile, ce qui rend leur préservation complexe. Les risques de dégradation sont variés, incluant la photoisomérisation, la photocyclisation, la coupure oxydative des propénylphénols, la peroxydation des carbures, ainsi que la décomposition en cétones et alcools (comme le limonène). Ces altérations ont le potentiel de modifier les caractéristiques des huiles essentielles si elles ne sont pas stockées dans des contenants propres et secs en aluminium, en acier inoxydable ou en verre teinté, à l'abri de la lumière et de la chaleur (Aliouane, 2015).

2.12. des huiles essentielles d' agrumes

2.12.1. La production mondiale des huiles essentielles d'agrumes

La production mondiale des huiles essentielles d'agrumes est une activité relativement méconnue, étroitement liée à la production et au commerce des agrumes à l'échelle mondiale. Cependant, la bergamote se distingue en tant que culture spécialisée exclusivement dédiée à la production d'huile essentielle. Il est complexe, d'un point de vue statistique, de différencier les huiles essentielles d'agrumes dans le commerce international. De plus, il est difficile de distinguer les huiles essentielles utilisées dans l'industrie de la parfumerie, de la pharmacie, de l'alimentation, ainsi que les huiles synthétiques, caractérisées par des qualités totalement différentes et des écarts de prix considérables. (Huet, 1967).

Les principaux pays producteurs de ces huiles sont le Brésil, les États-Unis et le Mexique (Osman, 2019).

2.12.2. Définition Huiles essentielles d'agrumes

Les huiles essentielles d'agrumes sont des extraits obtenus par le pressage des écorces d'agrumes. Elles jouent un rôle essentiel dans divers secteurs tels que l'industrie agro-alimentaire, la pharmacie, la cosmétique et l'entretien domestique. En effet, ces huiles sont largement utilisées pour aromatiser les boissons et les aliments dans l'industrie agro-alimentaire. De plus, elles sont des composants clés dans la fabrication de médicaments, de savons, de parfums et d'autres produits cosmétiques. Leur utilisation s'étend également aux produits d'entretien ménager (Massaid, 2017).

2.12.3. Composition Chimique des huiles essentielles d'agrumes

Les huiles essentielles d'agrumes présentent une qualité variable, influencée par divers facteurs tels que leur origine géographique, le type de sol, le climat, la variété d'agrumes et les méthodes de traitement des fruits. La composition chimique de ces huiles essentielles est caractérisée par la présence de composés tels que le limonène, le β -myrcène, l' α -pinène, le p-cymène, le β -pinène et le terpinéolène.

Il est à noter que la composition chimique des huiles essentielles d'agrumes peut varier en fonction de plusieurs paramètres, notamment l'origine géographique, la génétique des plantes, la saison de récolte, les conditions climatiques, l'âge des fruits, leur stade de maturation et les techniques d'extraction utilisées.

Les huiles essentielles d'orange douce, d'orange amère, de mandarine et de pamplemousse se distinguent par leur richesse en monoterpènes, parmi lesquels le d-limonène prédomine en tant que composant principal. (Massaid, 2017)

▪ chromatographie en phase gazeuse des HE des agrumes

La qualitative et quantitative des huiles essentielles est déterminée par les composants présents, Pour analyser l'huile essentielle d'agrumes, on utilise généralement des équipements tels que la chromatographie en phase gazeuse (CG) avec détecteur d'ionisation à flamme (DIF) et la CG-SM (Bousbia et al., 2009).

La méthode d'identification des composants repose sur les rétentions GC et la comparaison informatique avec la bibliothèque NBS. Environ 85 à 99 % des composants sont volatils,

tandis que 1 à 15 % sont non volatils. Jusqu'en 1970, près de 200 composés chimiques différents avaient été recensés dans l'huile d'orange, parmi lesquels 100 avaient été identifiés. Dans *Citrus reticulata*, environ 37 composants majeurs ont été répertoriés, parmi lesquels le limonène, le géraniol, le néral, l'acétate de géranyle, le géraniol, le β -caryophyllène, le nérol, le citronellal et l'acétate de néryle étaient les plus significatifs. Les huiles d'agrumes sont principalement constituées d'environ 97 % de monoterpènes, les alcools, les aldéhydes et les esters représentant le pourcentage le plus faible, avec des valeurs comprises entre 1,8 et 2,2 %. En outre, il a été possible d'identifier environ 18 à 40 composants chimiques dans les huiles essentielles d'écorce de *C. reticulata*, *C. sinensis* et *C. paradisi* respectivement, et la teneur en limonine était de 64,1-71,1 % , 66,8-80,9 % et 50,8-65,5 % (**Kademi, 2017**).

2.12.4. Huile essentielle d'orange douce (*Citrus sinensis*)

▪ La composition chimique

La composition de l'huile essentielle d'orange est relativement simple. Elle contient entre 91% et 97% de limonène, une petite quantité de linalol ainsi que des monoterpènes (**Massaid, 2017 ; Hacib et al., 2024**), et D'autres composés tels que l'octanal, le nonanal, le décanal, le linalol, l' α -terpinéol et le citral ont également été identifiés dans ces huiles (**Osman, 2019**).

L'analyse par chromatographie-couplage de la spectrométrie de masse (GC-MS) de (**Ngan et al., 2020**) a révélé que les huiles obtenues par l'hydrodistillation contenaient du limonène (98,238 %), du β -myrcène (1,169 %) et de l'pinène (0,548 %) avec une petite quantité de sabinène (0,071 %) et de β -pinène (0,0032 %).

Le contenu en hydrocarbures mono- et ses qui terpéniques de l'huile d'orange douce était très élevé, dépassant les 98 %. L'extraction de l'huile a entraîné une diminution des alcools monoterpéniques, tandis que les proportions d'aldéhydes monoterpéniques n'ont pas été significativement altérées. (**Brat et al., 2001**).

▪ Activités biologiques :

Les huiles essentielles d'orange douce sont largement utilisées dans divers domaines tels que le traitement des aliments, la fabrication de produits pharmaceutiques, de parfums et de cosmétiques.

Des études ont démontré que l'huile essentielle d'orange douce présente un potentiel anticancéreux en favorisant l'apoptose des cellules de leucémie humaine et de cancer du

côlon. De plus, l'inhalation de cette huile essentielle induit une relaxation tant physiologique que psychologique, réduisant ainsi l'anxiété chez les individus. En outre, l'huile essentielle d'orange douce présente une activité antioxydante (**Hacib et al., 2024**) en piégeant les radicaux libres. Elle est parfois associée à l'huile de thym pour améliorer la qualité de la viande de poulet (**Osman, 2019**).

L'huile essentielle d'orange douce contenait 28 composés volatils, y compris des composés terpéniques (50 %), des aldéhydes (32 %) et des alcools (18 %), dont les activités anti-inflammatoires, anti-diabétiques, larvicides, antioxydantes (**Patricia et al., 2015**) et antimicrobiennes (**Hacib et al., 2024**) ont été soulignées.

2.12.5. Huile essentielle de citron (*Citrus limon*)

▪ La composition chimique

L'huile essentielle extraite du citron est composée d'un mélange de terpènes (78,9 %), des hydrocarbures, des monoterpènes, des sesqui terpènes (**Wu et al., 2021**), d'alcools, d'acides, d'aldéhydes et de composés esters. Ces huiles essentielles renferment 22 composés actifs, dont les pourcentages varient en fonction de la rétention GC (**Osman, 2019**).

L'huile de citron est caractérisée par sa composition en limonène (environ 65 %), β -pinène (environ 9 %) et γ -terpinène (environ 8 %) (**Kačániová et al., 2024**). Les aldéhydes monoterpéniques, tels que le néral et le géraniol, étaient présents à des concentrations d'environ 1 % et 3 % respectivement. Suite à un processus d'expansion sous vide, une augmentation significative du limonène a été observée, tandis que les niveaux d'alcools monoterpéniques tels que le linalol et le géraniol ont été considérablement réduits (**Brat et al., 2001**).

▪ Activités biologiques :

L'huile essentielle de citron est reconnue pour ses propriétés apaisantes sur le stress et ses effets anti-stress. De plus, elle est bénéfique pour réduire les niveaux de peroxydation lipidique et présente des effets neuroprotecteurs. En outre, cette huile essentielle possède des propriétés antibactériennes et antifongiques, en plus d'agir comme répulsif contre les insectes (**Osman, 2019**).

Des évaluations biologiques ont prouvé que les huiles essentielles de citron avaient un effet toxique contre les bactéries ; contre les larves d'*Ae. albopictus* et les moustiques adultes (Wu et al., 2021).

2.12.6 Huile essentielle de mandarine (*Citrus reticulata*)

▪ La composition chimique

Le *Citrus reticulata*, est un arbre fruitier largement utilisé en agriculture comme porte-greffe pour différentes espèces de citrus cultivées. Une étude a identifié 28 composants dans les feuilles, représentant 98,05 % de la composition totale de l'huile. La sabinène est le constituant principal à hauteur de 40,52 %, suivi du β -linalol (23,25 %) et du terpinen-4-ol (8,33 %). Les hydrocarbures monoterpéniques constituent la classe prédominante de composés avec 63,48 %, suivis des monoterpènes oxygénés à 33,7 %. L'huile de mandarine se caractérise par une forte teneur en limonène (~95 %), suivi de β -myrcène (~2 %) et de sabinène (~1 %) (Brat et al., 2001 ; Oliveira et al., 2021), linalol (12,5 %), de terpinen-4-ol (7,7 %), de nérol (1,1 %) et d' α -terpinéol (3,3 %) (Pure, 2024). Après l'expansion sous vide, les alcools monoterpéniques ont été considérablement réduits, de manière similaire à ce qui est observé pour l'huile de citron (Brat et al., 2001).

▪ Activités biologiques :

L'huile essentielle de mandarine présente des propriétés antiprolifératives contre les fibroblastes pulmonaires embryonnaires humains et démontre une activité inhibitrice sur la croissance de diverses bactéries telles qu'*Escherichia coli*, *Bacillus subtilis* et *Staphylococcus aureus*. En outre, l'huile de mandarine est reconnue pour ses effets antibactériens et antifongiques à large spectre (Osman, 2019).

L'huile essentielle de *Citrus reticulata* a montré une activité élevée contre les formes promastigotes de *Leishmania amazonensis*, une forte activité larvicide contre les larves de troisième stade d'*Aedes aegypti* (Oliveira et al., 2021) et une propriété insecticide contre les charançons des haricots en utilisant un bioessai de toxicité par fumigation (Pure, 2024).

Tableau 7. Composition chimique des huiles essentielles de citron et d'orange (Zayse & Gashu (2022)).

Composants	Composition en pourcentage HE de zeste	
	HE de zeste citron	HE de zeste orange
13- pinène	2.17	-
d-limonène	7.52	95.19
o-cymène	0.86	
Y-terpinène	0.77	
terpinène-4-ol	1.44	
Heptanal	1.02	
a-terpinéol	14.39	
2-undécanone	1.12	
citral	1.45	1.09
trans-a-bergamotène	2.4	2.88
Caryophyllène		0.83
β-bisabolène		
β-myrcène		
n-méthyl-1,3-propanédiamine		
3-carène		

2.12.7. Les applications de l'huile essentielle de zeste des agrumes

Les utilisations de l'huile essentielle extraite des zestes d'agrumes sont principalement observées dans divers domaines tels que la parfumerie, la médecine, la production de produits cosmétiques et l'aromatisation des aliments. Cette huile essentielle est réputée pour ses multiples bienfaits, notamment ses propriétés antimicrobiennes, anti-inflammatoires, analgésiques et antiprolifératives (Gioffrè *et al.*, 2020).

Les huiles essentielles d'agrumes ont un large éventail d'applications dans les industries modernes, y compris.

- **Pharmaceutiques** : Elles sont utilisées pour leurs propriétés médicinales, y compris des effets antibactériens, antiviraux et antifongiques. Les huiles essentielles d'agrumes ont été étudiées pour leurs effets antitumoraux potentiels et leurs bienfaits globaux pour la santé.
- **Industrie alimentaire** : Les huiles d'agrumes sont utilisées comme agents aromatisants et

conservateurs en raison de leurs propriétés antimicrobiennes. Elles sont reconnues comme généralement reconnues comme sûres (GRAS) par les agences réglementaires alimentaires et sont utilisées pour améliorer la saveur et la durée de conservation de divers produits alimentaires.

- **Cosmétiques et soins personnels** : En raison de leurs fragrances agréables et de leurs propriétés bénéfiques, les huiles essentielles d'agrumes sont intégrées dans une variété de produits cosmétiques, y compris des parfums, des crèmes et des savons.

- **Produits sanitaires** : Elles sont utilisées dans des produits de nettoyage et de désinfection en raison de leurs propriétés virucides et bactéricides.

- **Applications agricoles** : Les huiles essentielles d'agrumes servent de pesticides naturels et de répulsifs pour insectes, offrant une alternative écologique aux produits chimiques synthétiques dans les stratégies de gestion des nuisibles.

- **Aromathérapie** : Les huiles sont utilisées en aromathérapie pour leurs propriétés améliorant l'humeur, favorisant la relaxation et le bien-être émotionnel par inhalation.

Ces applications soulignent la polyvalence et l'importance des huiles essentielles d'agrumes dans divers secteurs, suscitant un intérêt pour leur développement et leur utilisation comme alternatives naturelles dans de nombreux produits. (Palazzolo et al., 2013)

2.12.8. Activités insecticides, larvicides et biopesticides d HE des agrumes

L'huile essentielle d'orange a démontré une efficacité insecticide significative contre quatre insectes des céréales stockées : *Cryptolestes ferrugineus*, *Liposcelis bostrychophila*, *Tribolium castaneum* et *Sitophilus granarius*. De plus, l'huile essentielle d'écorce de fruit d'orange a également présenté une toxicité notable sur la survie d'*Aphis punicae*, avec une CL50 de 0,37 µL/mL. Par ailleurs, l'huile essentielle de citron a montré des effets insecticides spécifiques contre le moustique vecteur du paludisme, *Anopheles stephensi*. En ce qui concerne l'huile essentielle de pamplemousse, elle a provoqué une mortalité de 95 % sur les œufs et les larves d'*Anastrepha fraterculus* et de *Ceratitis capitata*. Enfin, l'huile essentielle d'écorce d'orange douce a démontré une toxicité sur les larves du moustique vecteur de la fièvre jaune, *Aedes aegypti* (Brah et al., 2023).

Les huiles essentielles extraites des agrumes tels que *Citrus aurantium*, *Citrus sinensis* et *Citrus limon* ont démontré leur efficacité en tant que larvicides contre différentes espèces de moustiques. Par exemple, l'huile essentielle de *Citrus aurantium* et de *Citrus sinensis* s'est avérée être un larvicide efficace contre *Anopheles labranhiaie*. De même, l'huile essentielle

de Citrus limon s'est révélée toxique pour *Spodoptera littoralis*. Individuellement, les huiles essentielles de *C. limon*, *C. aurantium* et *C. sinensis* ont montré des effets larvicides contre les larves de *Ceratitis capitata*. De plus, les huiles essentielles d'agrumes obtenues à partir des écorces de *C. limon*, *C. sinensis* et *C. paradisi* ont également présenté une activité larvicide contre *Aedes albopictus* (**Brah et al., 2023**).

L'orange douce (*Citrus sinensis Osbeck*) a démontré une activité toxique prometteuse en tant que biopesticide contre les chrysomèles des céréales, ce qui en fait un candidat potentiel pour être utilisé comme pesticide dans les cultures de céréales. Il est intéressant de noter que l'effet biopesticide des huiles essentielles de *Citrus sinensis Osbeck* et de *Citrus paradisi* a également été confirmé comme ayant un effet inhibiteur remarquable sur *Tribolium castaneum* Herbst. Dans cette étude, il a été observé que l'activité de dissuasion de la ponte des huiles essentielles augmentait de manière significative avec l'augmentation des concentrations, passant de 500 à 2500 ppm. En outre, les huiles essentielles de Citron (*C. limon*) riches en D-limonène ont montré des effets pesticides significatifs contre *D. brevipennis* par rapport aux autres espèces d'agrumes (**Brah et al., 2023**).

Le citron a été évalué pour son efficacité en tant que larvicide contre les larves de troisième stade d'*Aedes aegypti* et comme molluscicide contre l'escargot *Biomphalaria glabrata*. Les concentrations létales pour l'activité larvicide et molluscicide étaient respectivement de 15,48 et 13,05 mg·L⁻¹. Une récente étude a également démontré que l'huile essentielle extraite des feuilles et des écorces du citron présente un effet larvicide significatif sur les larves de *Culex quinquefasciatus* et *Anopheles stephensi*. Ainsi, le citron pourrait être considéré comme un agent potentiel pour lutter contre les larves et les escargots, et pourrait être utilisé dans la lutte contre le paludisme, la leishmaniose et les insectes vecteurs de la schistosomiase. (**Brah et al., 2023**).



Chapitre III

Généralité

sur l'insecte

Tribolium

castaneum

CHAPITRE III. Généralité sur l'espèce ravageuse *Tribolium castaneum***3.1. Généralité sur l'insecte *Tribolium castaneum***

L'insecte *Tribolium castaneum* (Coleoptera : Tenebrionidae), le charançon rouge de la farine, est un ravageur international important des produits stockés, il a été largement étudié pour améliorer les programmes de gestion des ravageurs. Cette espèce est l'un des ravageurs primaires d'insectes les plus ubiquistes des produits stockés, avec une distribution presque mondiale signalée dans 156 pays. Sa distribution géographique s'étend au-delà des lieux avec un climat approprié en exploitant des environnements intérieurs contrôlés par l'environnement et par une dispersion fréquente assistée par l'homme. Cette espèce est un ravageur particulièrement important dans les moulins à blé et à riz, mais elle a une gamme d'hôtes très large et peut être économiquement importante tout au long des systèmes de distribution et de stockage des produits transformés (**Klingler & Bucher, 2022**). Ce coléoptère a un fort potentiel reproductif, un cycle de vie court, un grand nombre de générations par an et est facile à élever en laboratoire (**Hashem et al., 2018**).

Le Tribolium rouge de la farine, un insecte mesurant 3-4 mm, se distingue par son cycle de développement court de 30 jours et sa longévité de six mois à quatre ans. Ces caractéristiques, combinées à sa haute fécondité, en font un organisme modèle en génétique et en biologie des populations depuis les années 1920. Le séquençage de son génome a révélé des cibles potentielles pour de nouveaux insecticides, notamment des canaux ioniques et des enzymes de détoxification (**Bonneton, 2010**).

3.1.1. Classification taxonomique

Royaume : *Animalia*

Phylum : *Arthropoda*

Sous-phylum : *Hexapoda*

Classe : *Insecta*

Ordre : *Coleoptera*

Super-famille : *Tenebrionoidea*

Famille : *Tenebrionidae*

Sous-famille : *Tenebrioninae*

Tribu : *Triboliini*

Genre : *Tribolium*

Espèce : *Tribolium castaneum* (**Myers et al., 2016**)



Figure 15. *tribolium castaneum* adults (<https://doi.org/10.1079/pwkb.species.54667>)

3.2. Origine et distribution

Le lieu d'origine exact de *T. castaneum* fait encore l'objet de débats. On pense cependant qu'il provient d'Inde ou d'origine indo-australienne, Il est également considéré comme l'un des ravageurs les plus nuisibles des produits stockés avec une distribution universelle. Il est particulièrement plus courant dans les climats plus chauds par rapport aux pays tempérés où il ne survit que pendant un certain temps (Abdullahi et al., 2019).

Les adultes ont une longue durée de vie et vivent parfois plus de trois ans. Plusieurs noms du charançon rouge de la farine, à savoir *Tribolium navale*, *Colydium castaneum* (Herbst, 1787), *Tenebrio castaneus* (Schönherr, 1806), *Phaleria castanca* (Gyllenhal, 1810), *Uloma ferruginea* (Dejean, 1821), *Margus castaneus* (Dejean, 1833), *Stene ferruginea* (Westwood, 1839) et *Tribolium ferrugineum* (Wollaston, 1854), sont utilisés comme synonymes. *T. castaneum* est considéré comme ayant une origine indienne ou indo-australienne avec un taux de dispersion élevé. Il est cosmopolite, mais plus commun dans les régions chaudes que dans les régions tempérées du monde (Chaubey; 2023).

3.3. Morphologie

Les adultes sont petits, plats, mesurant de 2,3 à 4 mm de long et de couleur brun rougeâtre. Les antennes de *T. castaneum* sont composées de onze segments, avec les trois derniers segments brusquement élargis, contrairement à *T. confusum* dont les segments antennaires s'élargissent progressivement (Chaubey, 2023), et Les yeux composés sont en partie divisés horizontalement par une saillie arrière de la tête, leur largeur étant à peu près égale à l'espace entre eux lorsqu'on les observe depuis la partie ventrale de la tête. Par rapport à son espèce la plus proche, *T. confusum* (Abdullahi et al., 2019).

Le thorax est légèrement plus sombre que les élytres. Les élytres sont ponctués et contiennent des stries parallèles. Les mâles présentent une lésion sétacée sur la surface ventrale du fémur antérieur. L'adulte possède des ailes postérieures fonctionnelles souvent utilisées en vol. Les larves sont initialement blanchâtres, mais deviennent ensuite brunes et leur taille atteint jusqu'à 5 mm Son segment abdominal terminal porte une paire de projections sombres et relevées (Chaubey, 2023).



Tribolium castaneum : Les trois derniers segments s'élargissent brusquement

Tribolium confusum : Les segments s'élargissent progressivement

Figure 16. Différence entre l'antenne de *T. castaneum* et *T. confusum* (Chaubey, 2023)

3.4. Plage d'hôtes et dommages

T. castaneum, l'un des ravageurs les plus cosmopolites des produits stockés, est polyphage, endommageant les grains et les produits tant en quantité qu'en qualité (Nenaah; 2014) . Il attaque une grande variété de grains stockés et de leurs produits, y compris les haricots, les biscuits, les flocons de maïs, les fruits secs, les lentilles, le maïs, le riz, le sorgho, le blé et la farine de blé. Les grains et produits endommagés contiennent des déjections, des carcasses et des exuvies. Ils deviennent également gris avec une odeur âcre inacceptable due aux benzoquinones, un produit chimique défensif sécrété par leurs glandes prothoraciques et

abdominales. Tout cela rend les grains et produits impropres à la consommation humaine, diminuant également leur valeur commerciale (**Devi & Devi ; 2015**). Les larves et les adultes se nourrissent extérieurement de grains, de farines et d'autres produits alimentaires transformés. Ses larves consomment principalement le germe des grains de blé (**Chaubey; 2023**).

Toutes les manifestations de dommages mentionnées ci-dessus conduisent normalement à une perte de gain global en raison de la perte de prix et/ou des coûts supplémentaires nécessaires pour le contrôle sous forme de pesticides et d'emballages coûteux à l'épreuve des nuisibles. Il est donc nécessaire de trouver des méthodes de contrôle moins coûteuses et plus sûres pour ce nuisible, qui soient applicables à l'ensemble de son éventail d'hôtes (**Abdullahi et al., 2019**).

3.5. cycle vie et biologie

L'insecte *T. castaneum* est un insecte holométabole montrant des phases d'œufs, larvaires, pupales et adultes dans son cycle de vie. Les femelles s'accouplent plusieurs fois et pondent environ 00 à 600 œufs. Les œufs sont blancs, microscopiques et recouverts d'un matériau collant auquel adhèrent des particules de farine. Après environ 5 à 12 jours d'incubation, les œufs éclosent en larves. Les larves nouvellement écloses se nourrissent de toute nourriture disponible pendant environ 3 à 4 semaines et subissent une pupation. La phase pupale dure de 5 à 9 jours. Il faut de 7 à 12 semaines pour compléter son cycle de vie, cependant, la durée de vie dépend de la température et de l'humidité relative. Une température de 27°C a été trouvée comme étant la plus adaptée au développement. Il y a quatre à cinq générations par an (**Chaubey, 2023**).

3.5.1. Œufs

Les œufs sont de couleur blanchâtre, microscopiques (0,61 mm de long et 0,3 mm de large) et cylindriques avec des restes de particules de farine adhérant à la surface grâce à une substance collante présente sur la coquille des œufs. Cela rend leur détection dans la farine très différente. La période d'œufs dure environ 5 à 9 jours (**Devi et Devi ; 2015**).

Dans des expériences à choix multiples, à choix apparié et sans choix, les femelles avaient tendance à pondre plus d'œufs dans des quantités plus importantes de farine. Le nombre d'œufs qu'elles pondent dans un patch de farine était cohérent avec ce qui était prédit pour optimiser la production d'adultes à partir de ce patch (c'est-à-dire, la taille de la couvée «

Lack »). La taille de la progéniture n'était significativement impactée que dans les plus petites tailles de patch (**Campbell& Runnion, 2003**).

3.5.2. Larves

Les larves sont minuscules, mesurant 4 à 5 mm de long, cylindriques, élancées, brunâtres-blanches, actives et bien sclérifiées lorsqu'elles sont complètement développées. La phase larvaire comprend six à sept stades. La durée de la phase larvaire varie en fonction de la disponibilité, du type et de la qualité de la nourriture, de la température et de l'humidité relative. Elle nécessite 12 à 13 jours avec une moyenne de 12,9 jours pour se compléter (**Devi et Devi, 2015**).

3.5.3. Nymphes

La nymphe est de couleur brune, quiescente, non nourissante et sans cocon. La longueur de la nymphe varie selon les sexes. La longueur corporelle moyenne de la nymphe mâle est d'environ $3,18 \pm 0,3$ mm avec une largeur corporelle de $1,07 \pm 0,03$ mm. La longueur corporelle moyenne de la nymphe femelle est de $4,12 \pm 0,01$ mm avec une largeur corporelle de $1,15 \pm 0,01$ mm. La durée de la nymphe varie également selon le sexe, avec une période de nymphe mâle de 6 à 7 jours, tandis que la période femelle dure de 7 à 9 jours (**Devi et Devi, 2015**), comme c'est le cas pour toutes les autres populations d'insectes holométales, Elle prend progressivement une teinte brun jaunâtre, puis devient finalement brune. Elle est recouverte dorsalement de fins poils, possède des ailes sombres, des yeux bien développés et des pattes sclérotisées (**Abdullahi et al, 2019**).

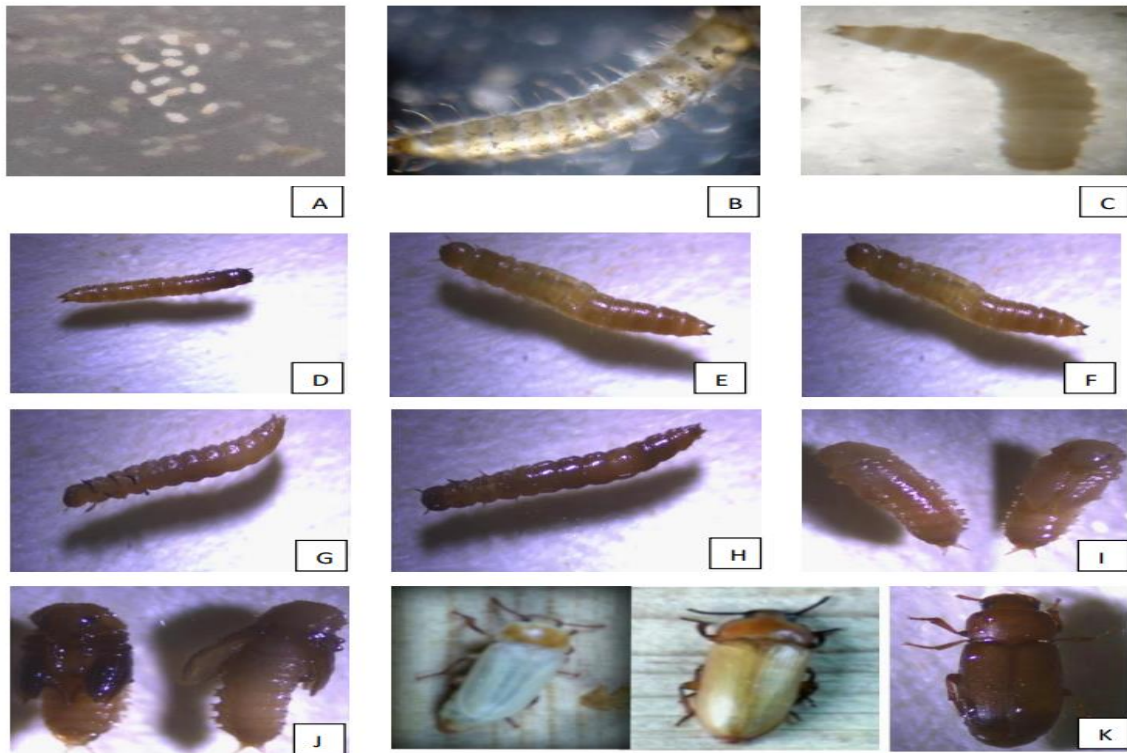


Figure 17. A) Oeufs, B) Larve de premier stade, C) Larve de deuxième stade, D) Larve de troisième stade, E) Larve de quatrième stade, F) Larve de cinquième stade, G) Larve de sixième stade, H) Larve de septième stade, I) Stade pupal initial, J) Stade pupal avancé, K) De l'adulte initial à l'adulte avancé (Issrani et al., 2024).

3.6. Comportement de reproduction

Les femelles de *T. castaneum* présentent de la polyandrie (une seule femelle peut copuler avec plusieurs mâles durant la même période de copulation). La polyandrie augmente la production de progéniture car, lors de la copulation avec plusieurs mâles, la femelle reçoit une grande quantité de spermatozoïdes et choisit de manière cryptique quel spermatozoïde est utilisé pour la fécondation. C'est également important car de nombreux mâles sexuellement actifs ne sont pas vierges et peuvent être épuisés en spermatozoïdes. La polyandrie augmente également la variabilité génétique dans la population. Les femelles de différentes régions géographiques montrent souvent des variations dans le comportement de reproduction, suggérant que la polyandrie peut être avantageuse dans certaines populations mais pas dans d'autres. Les mâles sélectionnent également les femelles avec lesquelles s'accoupler. Les mâles ayant un grand nombre de récepteurs olfactifs préfèrent et sélectionnent les femelles vierges matures en reconnaissant les femelles non vierges par

l'odeur produite par les glandes reproductrices. Les femelles vierges manquent de telles glandes odorantes (Chaubey, 2023).

3.7. importance économique

Les dommages causés par *T. castaneum* aux grains stockés et aux produits alimentaires entraînent d'énormes pertes économiques, en particulier dans les zones plus chaudes du monde. Il infeste des grains déjà endommagés par d'autres ravageurs ou pendant la récolte et le stockage. Le produit affecté devient contaminé par des excréments, a une odeur désagréable et perd sa valeur nutritionnelle et commerciale. Les quinones sécrétées par les glandes thoraciques et abdominales détériorent la qualité des grains et des produits au pire. La température et le taux d'humidité influencent le comportement alimentaire. Une augmentation de la température de 4°C, passant de 28 à 32°C, double la perte de poids des grains entiers (Majeed et al., 2016). Une augmentation du taux d'humidité des grains entiers de 12,2 à 14,2 % augmente les dommages de 1,6 fois pendant les 60 premiers jours, de 1,3 fois pendant les 60 jours suivants et de 1,2 fois pendant les 60 derniers jours d'infestation. Pendant son développement, une seule larve de *T. castaneum* consomme 13 mg de farine de blé et un adulte consomme 315 mg de farine de blé au cours de sa vie. Après avoir consommé le grain de blé, une larve se nourrit de l'endosperme. Au cours de sa vie, un adulte consomme l'ensemble du germe de 7 à 12 grains de blé. *T. castaneum* peut propager l'infection d'*Aspergillus flavus*, *Aspergillus fumigatus*, *Cladosporium herbarum*, *Enterococcus faecalis*, *Penicillium citinum* et *P. purpurogenum* (Chaubey, 2023).

3.8. Contrôle de l'infestation par *Tribolium castaneum* dans l'environnement des produits stockés

3.8.1. Méthodes de détection

T. castaneum peut être difficile à détecter à faibles densités. Des pièges simples appâtés avec des aliments tels que des fèves de caroube, des cacahuètes et des céréales peuvent aider à détecter des individus lorsque leur densité est faible. À des densités plus élevées, les adultes et les larves peuvent être vus dans des trous et des tunnels dans les grains et la poussière produite lors de l'alimentation. Les œufs collés aux contenants de stockage peuvent également être détectés. La présence d'une odeur âcre indique une infestation à haute densité (Chaubey; 2023).

3.8.2. Contrôle physique

Une bonne sanitation de la zone de stockage, l'élimination, la destruction de toutes les sources d'infestation et le tamisage des grains peuvent réduire les chances d'infestation par les coléoptères de la farine. L'ajout de poussières inertes aux grains provoque la mort de l'insecte par dessiccation. Les grains suspects peuvent être stockés dans des contenants avec des couvercles bien ajustés ou dans un congélateur pendant 4 à 5 jours ou à des températures de 50°C. Cela réduit les niveaux d'oxygène et augmente le niveau de dioxyde de carbone, provoquant la mort de l'insecte. L'application de poudre de terre de diatomée aux adultes de *T. castaneum* infestant le blé provoque une mortalité de cent pour cent (**Chaubey; 2023**).

3.8.3. Contrôle moléculaire

La technique de l'ARNi est une nouvelle méthode écologique de gestion des ravageurs insectes. Dans cette technique, des ARN synthétiques sont utilisés pour cibler et inhiber des gènes spécifiques au sein des espèces d'insectes. Cette approche a été appliquée et s'est révélée efficace contre *T. castaneum* (**Gao et al., 2017**). Cependant, cette méthode n'a pas encore été commercialisée en raison du coût élevé de production de l'ARN (**Chaubey; 2023**).

3.8.4. Contrôle chimique

Actuellement, des insecticides comme le dichlorvos, les pyréthrines, les pyréthroides et des régulateurs de croissance des insectes comme le méthoprène et le pyriproxifène sont fréquemment utilisés. La pyréthrine a trouvé de larges applications en raison de sa faible toxicité pour les mammifères et de sa haute efficacité contre une large gamme de ravageurs des produits stockés. Les formulations commerciales utilisées contiennent souvent des synergistes comme le butoxyde de pipéronyle pour augmenter l'efficacité des pyréthrines. Les régulateurs de croissance des insectes provoquent des malformations ou réduisent l'émergence des adultes. L'application de pyréthrines/pyréthroides seule ou avec des régulateurs de croissance des insectes donne de meilleurs résultats en matière de gestion des insectes. Cependant, le contrôle des ravageurs des produits stockés à l'aide de pesticides synthétiques et de fumigants présente certaines limitations, telles que la résurgence des ravageurs, les perturbations environnementales, la résistance des ravageurs aux pesticides, l'augmentation des coûts d'application, les effets létaux sur les espèces non

ciblées et l'intoxication des travailleurs agricoles et des consommateurs (**Obeng-Ofori, 2010**).

3.8.5. Résistance aux insecticides

Une grande variété d'insecticides a été appliquée comme principale approche pour le contrôle et la gestion de *T. castaneum*. Ces insecticides ciblent le système nerveux de l'insecte, y compris les canaux ioniques à voltage dépendant et l'acétylcholinestérase, provoquant une perturbation irréversible de la fonction neurologique entraînant la mort des insectes. Cependant, l'application continue de ces insecticides a développé une résistance chez la plupart des insectes ciblés. En Inde, le premier cas de résistance aux insecticides a été signalé chez *T. castaneum* contre le malathion. Depuis lors, de nombreux cas de résistance aux insecticides ont été rapportés chez *T. castaneum*. Le développement de la résistance aux insecticides est un processus évolutif lent et progressif. Après l'exposition initiale à l'insecticide, il y a une période latente durant laquelle les gènes de résistance se séparent et se recombinent avec d'autres gènes qui rendent les conditions favorables au développement de la résistance. Maintenant, les espèces d'insectes ciblés montrent un niveau accru de tolérance à l'insecticide. La résistance se développe progressivement, suivie d'une période de développement rapide de la résistance entraînant une croissance explosive de la population d'insectes. Selon (**Chaubey; 2023**) Il existe une variété de mécanismes qui causent la résistance aux insecticides chez *T. castaneum*. Ceux-ci sont :

- Insensibilité du site cible : Dans ce cas, des changements dans la sensibilité du site cible inhibent la liaison de l'insecticide.
- Résistance métabolique : Dans ce cas, la production d'une quantité accrue d'enzymes conduit à une détoxification métabolique accrue de l'insecticide.
- Manque de pénétration : Dans ce cas, la cuticule s'épaissit ou subit un remodelage, ce qui empêche la pénétration des insecticides.
- Résistance comportementale : Dans ce cas, les insectes adaptent un nouveau comportement pour éviter l'exposition aux insecticides.

3.8.6. Contrôle biologique

Différentes souches de champignons entomopathogènes ont montré un certain espoir dans la gestion des insectes nuisibles des grains stockés. Deux champignons entomopathogènes, *Metarhizium anisopliae* et *Beauveria bassiana*, ont été rapportés comme ayant des résultats

positifs contre de nombreux insectes nuisibles des grains stockés, y compris *T. castaneum*. Diverses études ont également été menées pour explorer la possibilité d'utiliser des champignons entomopathogènes seuls ou en combinaison avec d'autres stratégies et ont obtenu des résultats prometteurs (Batta et al., 2018). Les coléoptères *T. castaneum* produisent et sécrètent un mélange de quinones contenant du méthyl-1,4-parabenzoquinone, des éthyl-1,4-parabenzoquinones et du 1-pentadécène. Ces quinones agissent comme une défense immunitaire externe pour protéger l'insecte contre les agents pathogènes (Chaubey; 2023).

3.8.7. L'huiles essentielles

L'application continue et indiscriminée de pesticides synthétiques à grande échelle entraîne la bioaccumulation et la biomagnification dans différents composants environnementaux. Cela affecte de manière défavorable et sévère les organismes non ciblés, y compris les humains et les écosystèmes. Par conséquent, les insecticides d'origine végétale ont été attirés comme alternative à ces insecticides synthétiques. Dans cette continuité, diverses huiles essentielles et leurs constituants ont été explorés pour leurs activités répulsives, insecticides, anti-alimentaires et de régulateurs de croissance des insectes contre une variété d'insectes des grains stockés. Les huiles essentielles sont un mélange complexe de différents composés chimiques avec des modes d'action multiples qui renforcent leur activité grâce à l'action synergique entre les constituants. Étant donné que les huiles essentielles sont volatiles, biodégradables et non persistantes par nature, elles peuvent être de meilleurs candidats pour la gestion des ravageurs. Environ 17 500 espèces de plantes aromatiques et plus de 3 000 constituants d'huiles essentielles ont été identifiés. Celles-ci sont produites en tant que métabolites secondaires chez les membres des *Apiaceae*, *Asteraceae*, *Combretaceae*, *Geraniaceae*, *Gramineae*, *Lamiaceae*, *Myrtaceae*, *Meliaceae*, *Piperaceae*, *Rutaceae*, *Verbenaceae* et *Zingiberaceae*. Elles sont extraites des parties de la plante comme les feuilles, les fleurs, les racines, les bourgeons, les rhizomes, etc. par distillation à la vapeur ou à l'eau. En général, Les huiles essentielles ont des densités inférieures à celles de l'eau. Celles-ci sont lipophiles et, par conséquent, peuvent pénétrer dans les insectes et causer des dysfonctionnements biochimiques et la mortalité. La toxicité des huiles essentielles ne dépend pas seulement des composés chimiques mais aussi de nombreux autres facteurs tels que la voie d'entrée, les poids moléculaires et les mécanismes d'action. Les huiles essentielles ayant des activités insecticides peuvent être inhalées, ingérées ou absorbées par la peau par les insectes (Chaubey; 2023).

De plus, des extraits botaniques et des huiles essentielles (HE) ont également été utilisés avec succès pour contrôler cet insecte. Il a été rapporté que les HE d'*Ocimum basilicum* L (Labiatae) étaient très toxiques et répulsives contre les adultes de *T. castaneum* lorsqu'elles étaient appliquées par voie topique ou imprégnées sur des papiers filtrants, sur des grains ou sur des cailloux en verre. Des activités similaires ont été rapportées pour les HE de *Baccharis salicifolia* (Asteraceae), *Artemisia annua* (Asteraceae), *Nigella sativa* (Ranunculaceae), *Trachyspermum ammi* (Umbelliferae) et *Anethum graveolens* (Umbelliferae). Les molécules présentes dans les HE ont également montré des propriétés intéressantes pour le contrôle des ravageurs. Par exemple, des composés tels que le R-pinène, l'eugénol, le limonène, le terpénol, le citronellol, le citronellal, le camphre et le thymol ont été reconnus pour avoir de bonnes propriétés répulsives (Caballero-Gallardo et al., 2011).

3.8.8. Activité répulsive

L'activité répulsive de plusieurs huiles essentielles a été rapportée contre *T. castaneum*. Un comportement répulsif de l'huile essentielle de *Baccharis salicifolia* a été observé contre les adultes de *T. castaneum*. L'huile de *Tagetes terniflora* et celle d'*Artemisia sieberi* ont été rapportées comme efficaces en tant que répulsifs contre les adultes et les cinquièmes stades larvaires de *T. castaneum*. Les huiles essentielles de *Laurelia sempervirens* et de *Drimys winteri* ont repoussé les adultes de *T. castaneum*. Les huiles essentielles de *Schinus molle* et de *Salvia mirzayanii* ont été rapportées pour leur forte activité répulsive contre les adultes de *T. confuse*. L'activité répulsive de *Cuminum cyminum*, *Piper nigrum*, *Illicium verum*, *Myristica fragrans*, *Foeniculum vulgare*, *Trachyspermum ammi*, *Anethum graveolens*, *Nigella sativa*, *Zingiber officinale*, *Piper cubeba*, et *Allium sativum* a été déterminée contre les adultes de *T. castaneum*. En plus des huiles essentielles complètes, ses constituants purs ont également été testés pour leurs activités répulsives (Chaubey; 2023).

3.8.9. Activité insecticide

Étant donné que les huiles essentielles s'évaporent facilement à température ambiante sans aucune décomposition biochimique, elles peuvent être utilisées comme fumigants. L'activité insecticide de plusieurs huiles essentielles a été rapportée contre les adultes et les larves de *T. castaneum*. Les huiles essentielles d'*Anethum sowa*, d'*Artemisia annua*, de *Lippia alba* et d'*Elletaria cardomum* ont été signalées pour leur toxicité en tant que fumigants. La toxicité fumigante des huiles essentielles de *C. cyminum*, *P. nigrum*, *I. verum*, *M. fragrans*, *F. vulgare*, *T. ammi*, *A. graveolens*, *N. sativa*, *Z. officinale*, *P. cubeba* et *A. sativum* a été

déterminée contre les adultes de *T. castaneum* (**Chaubey; 2016**). La fumigation des huiles essentielles de *Carum copticum* et de *C. carvi* provoque la mortalité chez *T. castaneum*. En plus des huiles essentielles complètes, des composés purs ont également été établis pour leur toxicité en tant que fumigants. Le trans-anéthole a été signalé comme montrant une toxicité contre *T. castaneum*). Les effets toxiques des composés d'huiles de *Citrus reticulata* et de *C. sinensis* ont été étudiés contre les larves et les adultes de *T. castaneum*. La fumigation de β -caryophyllène et d' α -pinène tue les larves et les adultes de *T. castaneum* (**Chaubey; 2023**).

The image features a decorative border. On the left side, there are various citrus slices (lemons, limes, grapefruit) and green leaves. On the right side, there are several brown beetles of different sizes and orientations. The background is white.

Chapitre IV

Matériels

Et

Méthodes

CHAPITRE IV. Matériel & Méthodes

Le présent chapitre se focalise sur la présentation du matériel et des méthodes employés lors de l'expérience menée en laboratoire. Les expérimentations ont été conduites au sein du laboratoire de phytochimie et parasitologie de la faculté des sciences et de la vie, entre mars et juin 2025.

4.1. Matériel biologique

4.1.1. Présentation de l'espèce végétale étudiée

4.1.1.1. Le citron, *Citrus limon* (L.) *Burm*

Le citron (ou citron jaune) est un agrume, fruit du citronnier *Citrus limon* (L.) *Burm. f.* (classification de Tanaka). Il existe des formes douces (citron doux), les petits citrons (citrus limon) et acides (citron acide), le citronnier (*Citrus limon*) est un arbre fruitier appartenant à la famille des Rutacées, originaire d'Asie du Sud-Est. Il est largement cultivé dans les régions méditerranéennes et subtropicales pour ses fruits. Le citron est une baie modifiée appelée *hespéridium*. Sa peau est généralement jaune vif à maturité, mais peut varier en épaisseur et en texture selon la variété. La pulpe est juteuse, acide et divisée en segments.

Classification

<u>Règne</u>	<u>Plantae</u>
Division	<i>Magnoliophyta</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Ordre	<i>Sapindales</i>
Famille	<i>Rutaceae</i>
Genre	<i>Citrus</i>
Espèce	<i>Citrus ×limon</i> (L.) <u>Burm. f.</u> , <u>1768</u>

Floraison : s'étend de mars à juillet.

Partie utilisée : Les écorces.



4.1.1.2. La mandarine, *Citrus reticulata* Blanco

Le mandarinier (*Citrus reticulata*) est un agrume très apprécié, connu pour ses fruits doux, faciles à peler, que l'on appelle mandarines. Originaire d'Asie du Sud-Est, il est largement cultivé dans les régions tropicales et subtropicales du monde entier. Les mandarines sont des fruits de petite taille, de forme oblate (aplatie aux pôles), avec une peau fine et souple qui se détache très facilement de la pulpe. Leur couleur varie de l'orange au rouge-orangé à maturité. La pulpe est juteuse, généralement douce et moins acide que celle du citron ou de l'orange, et est divisée en 9 à 15 segments. Certaines variétés sont sans pépins.

Classification de Cronquist (1981)

<u>Règne</u>	<i>Plantae</i>
<u>Sous-règne</u>	<i>Tracheobionta</i>
<u>Division</u>	<i>Magnoliophyta</i>
<u>Classe</u>	<i>Magnoliopsida</i>
<u>Sous-classe</u>	<i>Rosidae</i>
<u>Ordre</u>	<i>Sapindales</i>
<u>Famille</u>	<i>Rutaceae</i>
<u>Genre</u>	<i>Citrus</i>

Espèce *Citrus reticulata* Blanco, 1837

Floraison : s'étend de mars à juillet.

Partie utilisée : Les écorces.



4.1.1.3. Orange douce *Citrus sinensis* (L.) Osbeck

L'oranger doux (*Citrus sinensis*) est l'un des agrumes les plus répandus et les plus consommés au monde. Célèbre pour ses fruits juteux et sucrés, les oranges douces, il est cultivé à grande échelle dans les régions tropicales et subtropicales. L'orange douce est une baie de type *hespéridium*, caractérisée par sa forme ronde ou légèrement ovale. Sa peau est généralement orange, de texture plus ou moins lisse et d'épaisseur variable. La pulpe est juteuse, sucrée, et divisée en 10 à 12 segments. Elle contient souvent des pépins, bien que de nombreuses variétés sans pépins aient été développées.

Classification Tropicos

<u>Règne</u>	<i>Plantae</i>
<u>Classe</u>	<i>Magnoliopsida</i>
<u>Sous-classe</u>	<i>Magnoliidae</i>
<u>Super-ordre</u>	<i>Rosanae</i>
<u>Ordre</u>	<i>Sapindales</i>
<u>Famille</u>	<i>Rutaceae</i>
<u>Genre</u>	<i>Citrus</i>
<u>Espèce</u>	<i>Citrus sinensis</i> (L.) Osbeck, 1765



Floraison : Entre mars et juillet en Europe.

Partie utilisée : Les écorces.

4.1.2. Présentation de l'espèce ravageuse étudiée *Tribolium castaneum* Herbst

Le *Tribolium castaneum*, communément appelé vrillette rousse de la farine ou tribolium rouge de la farine, est un petit coléoptère brun rougeâtre mesurant environ 3 à 4 mm de long à l'âge adulte. C'est un ravageur majeur des produits stockés, particulièrement dans les climats chauds et tempérés, où il peut infester une large gamme de denrées alimentaires.

4.1.2.1. Description

L'adulte (imago) de *Tribolium castaneum* mesure de trois à quatre millimètres et est d'une couleur brune rougeâtre. Comparativement à d'autres membres de sa famille, le coléoptère de la farine rouge a la capacité de voler.

Classification

<u>Règne</u>	<i>Animalia</i>
<u>Sous-règne</u>	<i>Bilateria</i>
<u>Infra-règne</u>	<i>Protostomia</i>
<u>Super-embr.</u>	<i>Ecdysozoa</i>
<u>Embranchement</u>	<i>Arthropoda</i>
<u>Sous-embr.</u>	<i>Hexapoda</i>
<u>Classe</u>	<i>Insecta</i>
<u>Sous-classe</u>	<i>Pterygota</i>
<u>Infra-classe</u>	<i>Neoptera</i>
<u>Super-ordre</u>	<i>Holometabola</i>
<u>Ordre</u>	<i>Coleoptera</i>
<u>Sous-ordre</u>	<i>Polyphaga</i>
<u>Infra-ordre</u>	<i>Cucujiformia</i>
<u>Super-famille</u>	<i>Tenebrionoidea</i>
<u>Famille</u>	<i>Tenebrionidae</i>
<u>Genre</u>	<i>Tribolium</i> (<i>Tenebrionidae</i>)
<u>Espèce</u>	<i>Tribolium castaneum</i> (Herbst, 1797).





Photo 18. L'adulte (imago) de *Tribolium castaneum* (Original, 2025)

4.2. Matériel de laboratoire

Dans le cadre des diverses expérimentations menées, une variété d'instruments et d'équipements ont été employés :

- Bocal en plastique utilisés pour l'élevage de masse de *T. castaneum*.
- Une étuve réglée à une température de 37°C qui correspondent aux conditions optimales du développement de *T. castaneum*.
- Pour le dosage des huiles essentielles nous avons utilisé une micropipette de 0.5 à 10µl et de 10 à 200 µl
- Des flacons stériles en plastique de 50ml utilisées dans le test par inhalation.
- Un appareil d'hydrodistillation, de type Clevenger, utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle des agrumes.
- Une balance électrique pour peser les quantités de semoule utilisée pour les tests.
- Une balance de précision pour peser la quantité de l'huile extrait.
- Le matériel utilisé comprend divers accessoires tels qu'une spatule, un tamis, des étiquettes, des boîtes de Pétri en plastique, un mixeur, des tubes Eppendorf, des ciseaux, du papier aluminium, des béchers, etc...

4.3. Méthodes de travail

4.3.1. Extraction et rendement des huiles essentielles

- **Principe de l'extraction :** L'étude se concentre sur les huiles essentielles obtenues à partir des écorces des agrumes (*Citrus reticulata*, *Citrus sinensis* et *Citrus limon*). Les échantillons ont été collectés de manière aléatoire. Par la suite, les écorces ont été soigneusement nettoyées, découpées en petits morceaux, puis séchées à l'ombre à température ambiante pendant une durée de 15 jours.



Photo 19. Les écorces des agrumes séchées (Original, 2025)

- **Principe de l'Hydrodistillation :** L'hydrodistillation est une technique d'extraction basée sur la vaporisation et la condensation des composés volatils présents dans la matière végétale. Elle implique de chauffer la matière végétale (ici, les écorces d'agrumes) en présence d'eau. La chaleur provoque la rupture des cellules végétales et libère l'huile essentielle. La vapeur d'eau entraîne ensuite ces composés volatils vers un condenseur où ils refroidissent et retournent à l'état liquide (le distillat). L'huile essentielle, non miscible à l'eau, est ensuite séparée du distillat.

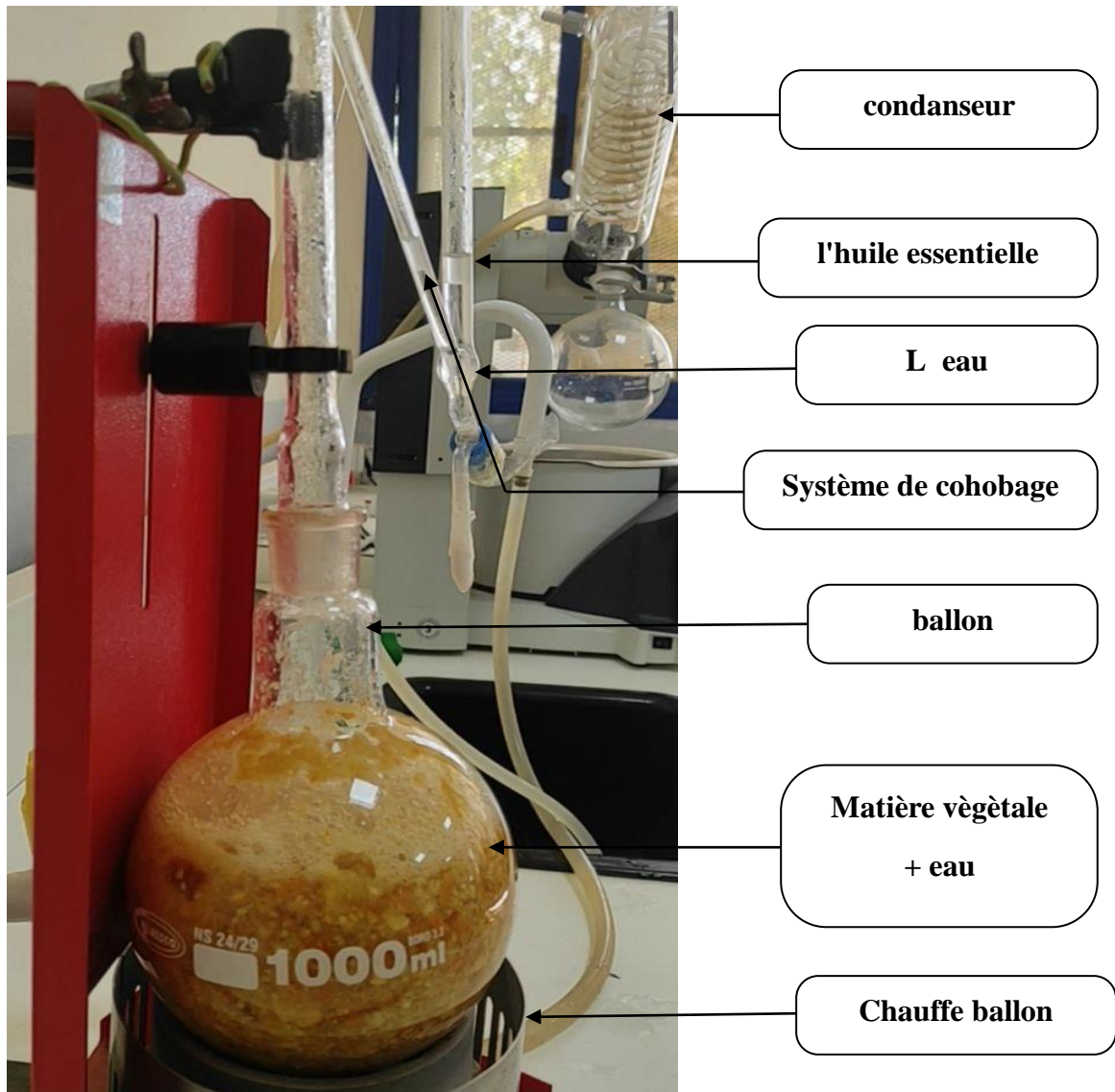


Photo 20. Appareil d'hydrodistillation de type Clevenger (**Original, 2025**).

▪ **Application aux Écorces d'Agrumes :**

- ✓ Préparation de l'écorce : Les écorces d'agrumes sont généralement coupées en petits morceaux pour augmenter la surface de contact avec l'eau.
- ✓ Immersion dans l'eau : Les morceaux d'écorce sont placés dans un alambic contenant de l'eau. La quantité d'eau est importante pour éviter que la matière végétale ne brûle.
- ✓ Chauffage : Le mélange d'eau et d'écorces est chauffé jusqu'à ébullition. La vapeur d'eau produite traverse les écorces.
- ✓ Entraînement des composés volatils : La vapeur d'eau chaude provoque l'éclatement des poches d'huile essentielle et entraîne avec elle les molécules aromatiques volatiles présentes dans l'écorce.

- ✓ Condensation : Le mélange de vapeur d'eau et d'huile essentielle passe à travers un condenseur refroidi par de l'eau froide. Les vapeurs se refroidissent et se condensent en un liquide (le distillat).
- ✓ Séparation : Le distillat est collecté dans un récipient, où l'huile essentielle, moins dense que l'eau, se sépare en formant une couche supérieure. Cette huile est ensuite recueillie par décantation
- ✓ On obtient également une eau florale ou hydrolat, chargée d'une faible concentration de composés aromatiques hydrosolubles.

4.3.2. Calcul du Rendement des huiles essentielles HEs

D'après la norme **AFNOR de 1986**, le rendement est défini comme le rapport entre le poids de biomasse végétale à traiter et le poids de l'huile essentielle extraite. Ce paramètre est exprimé en pourcentage (%) et se calcule à l'aide de la formule suivante :

$$R (\%) = M1 / M2 * 100$$

Où :

R (%) : le rendement de l'huile essentielle.

M1 : La quantité d'huile essentielle obtenue à la fin du processus d'extraction, mesurée en grammes (g).

M2 : Le poids de la matière première végétale (dans ce cas, les écorces d'agrumes) après avoir été séchée pour éliminer l'eau. Ceci est important car la teneur en eau de la matière fraîche peut varier considérablement et influencer le calcul du rendement réel en huile essentielle. L'unité est généralement le gramme (g).

Avant de commencer l'extraction, on pèse précisément la quantité d'écorce d'orange douce fraîche que on va utiliser (On Assure d'utiliser une balance précise.). On effectue l'extraction de l'huile essentielle à partir de cette quantité d'écorce en utilisant L'hydrodistillation. Après la séparation de l'huile essentielle de l'eau et des éventuels sédiments, on mesure la quantité d'huile essentielle pure que on est obtenue. Cela se fait généralement en pesant l'huile essentielle liquide.

4.3.3. Test de récursivité de l'huile essentielle sur les adultes de *T. castaneum*

- **Objectif du test :** Déterminer si l'huile essentielle testée a un effet répulsif sur les adultes de *T. castaneum* et, si possible, évaluer l'intensité de cette répulsion en fonction de la concentration.

4.3.3.1. Protocole général (méthode du choix binaire ou "area preference") :

- Préparation des concentrations : on Prépare une série de concentrations de l'huile essentielle en la diluant dans l'acétone si nécessaire (1 / 2,5 / 5 et 7 μ l) dans 0,5 ml d'acétone). Incluez un contrôle avec uniquement l'acétone.
- Traitement des supports : on applique une quantité précise de chaque concentration d'huile essentielle (et du contrôle) sur une moitié d'un disque de papier filtre. on Laisse le solvant s'évaporer complètement pour éviter tout effet dû au solvant lui-même. L'autre moitié du disque traitée avec le solvant seul pour le contrôle solvant.
- Installation du test : on Place le disque de papier filtre dans le récipient de test.
- Introduction des insectes : on introduise un nombre déterminé d'adultes de *T. castaneum* (Vingt adultes de *T. castaneum*) au centre du récipient de test, de manière à ce qu'ils aient un accès égal aux zones traitée et non traitée.
- Observations : À des intervalles de temps prédéfinis (15 minutes, 30 minutes, 45 minutes, 1 heure, etc.), on compte le nombre d'insectes présents dans la zone traitée et dans la zone non traitée (ou contrôle).
- Répétitions : ont Répété le test un nombre suffisant de fois (3 à 4 répétitions par concentration) pour obtenir des données statistiquement valides.
- Analyse des données : on Calcule le pourcentage d'insectes dans chaque zone à chaque intervalle de temps.



Figure 21. Test de l'effet répulsif de l'huile essentielle (*C. limon*) sur papier filtre (Originale, 2025).

4.3.3.2. Calcul de l'indice de répulsion (IR%)

selon la méthode de McDonald et al. (1970), la formule couramment utilisée est la suivante :

$$IR = \frac{(N_c + N_t)(N_c - N_t)}{2N_c} \times 100$$

Où :

N_c est le nombre d'insectes présents sur la zone témoin (non traitée ou traitée avec le solvant uniquement).

N_t est le nombre d'insectes présents sur la zone traitée avec les huiles essentielles à tester. L'indice de répulsion peut être classé comme suit :

Tableau 8. Classement d'indice de répulsion

Classes	Intervalle de répulsion	Propriétés
Classe 0	$PR \leq 0,1 \%$	N'est pas répulsive
Classe I	$0,1\% < PR \leq 20\%$	Très faiblement répulsive
Classe II	$20 \% < PR \leq 40\%$	Faiblement répulsive
Classe III	$40\% < PR \leq 60\%$	Modérément répulsive
Classe IV	$60\% < PR \leq 80\%$	Répulsive
Classe V	$80\% < PR \leq 100\%$	Très répulsive

L'intensité de la répulsion augmente avec la valeur positive de l'IR.

4.3.4. Évaluation de l'effet bio-insecticide de l'huile essentielle des agrumes à l'égard des adultes de *T. castaneum*

L'objectif de cette étude était d'évaluer l'efficacité insecticide par fumigation de trois huiles essentielles d'agrumes (*Citrus sinensis*, *Citrus reticulata*, et *Citrus limon*) contre les adultes de *Tribolium castaneum* un ravageur commun des produits stockés. Les expériences ont été menées dans des conditions contrôlées, et l'analyse de la mortalité a permis de déterminer les concentrations létales (CL10, CL50 et CL80) de chaque huile essentielle.

4.3.4.1. Élevage en masse

Les jeunes adultes de l'insecte *T. castaneum* ont été obtenus à partir de Le blé tendre provenant du Centre de collecte et de stockage des céréales de Bouhadjar, la wilaya d'El

Tarf. L'élevage en masse de ce ravageur a été réalisé dans un sac en plastique contenant de blé tendre, sous des conditions optimales de laboratoire, à une température de 25°C et une humidité relative comprise entre 65% et 70%.



Photo 22. Elevage de *Tribolium castaneum* (Original, 2025).

4.3.1.2. Traitement : Test d'inhalation

Le test d'inhalation consiste à exposer les adultes de *T. castaneum* à l'huile essentielle d'agrumes dans un espace confiné.

Le protocole typique d'un test d'inhalation est les suivant :

- ✓ Préparation des insectes : Des adultes de *T. castaneum* d'âge et de sexe similaires sont sélectionnés. Ils sont généralement acclimatés aux conditions de laboratoire avant le test.
- ✓ Préparation de l'huile essentielle : Différentes concentrations de l'huile essentielle d'agrumes à tester sont préparées en utilisant un solvant approprié (l'acétone). Il est crucial de s'assurer que le solvant seul n'a pas d'effet significatif sur la mortalité des insectes (un groupe témoin avec seulement le solvant est inclus).
- ✓ Chambres d'exposition : Des récipients hermétiques (des boîtes en plastique) de volume connu sont utilisés comme chambres d'exposition.
- ✓ Application de l'huile essentielle : Une quantité précise de la solution d'huile essentielle est appliquée sur un support absorbant (papier filtre) placé à l'intérieur de la chambre d'exposition. Le solvant s'évapore, libérant les vapeurs de l'huile essentielle dans l'air de la chambre.
- ✓ Introduction des insectes : Un nombre déterminé d'adultes de *T. castaneum* est introduit dans chaque chambre d'exposition.

- ✓ Scellement des chambres : Les chambres sont hermétiquement scellées pour confiner les vapeurs de l'huile essentielle.
- ✓ Durée d'exposition : Les insectes sont exposés aux vapeurs pendant une période de temps prédéterminée (24 heures).
- ✓ Conditions environnementales : La température et l'humidité relative à l'intérieur des chambres sont maintenues constantes pendant toute la durée de l'exposition.
- ✓ Évaluation de la mortalité : Après la période d'exposition, les insectes sont retirés des chambres et le nombre d'insectes morts et vivants est compté. Un insecte est généralement considéré comme mort s'il ne réagit pas à un léger stimulus.
- ✓ Analyse des données : Les données de mortalité sont utilisées pour calculer le pourcentage de mortalité pour chaque concentration d'huile essentielle. Ces données peuvent ensuite être analysées statistiquement pour déterminer la relation dose-réponse et estimer des paramètres toxicologiques tels que la CL50 (concentration létale 50, la concentration d'huile essentielle nécessaire pour tuer 50 % des insectes).

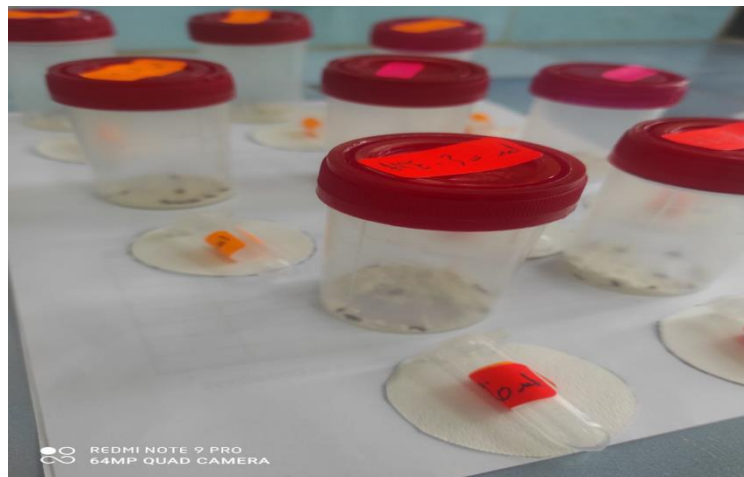


Photo 23. Préparation des flacons du Test d'inhalation (**Original, 2025**).

4.3.1.3. Calcul de la concentration 50 (CL50)

C'est un paramètre fondamental en toxicologie pour évaluer la virulence d'une substance, dans notre cas, l'effet bio-insecticide de l'huile essentielle d'agrumes sur *Tribolium castaneum*. Cependant, il est important de noter que pour un test d'inhalation, on parle plus précisément de la Concentration Létale 50 (CL50), car l'exposition se fait par inhalation de vapeurs et non par ingestion ou contact direct d'une dose massique.

La mortalité a été calculée et corrigée selon la formule d'ABBOTT (1925) en tenant compte de la mortalité naturelle (Mt) observée sur le témoin.

Où :

$$MC = (M0 - Mt) / (100 - Mt) * 100$$

MC : mortalité corrigée

M0 : mortalité de l'échantillon testé

Mt : mortalité dans le témoin non traité

4.3.1.4. Traitement statistique des données

Pour la détermination de la CL 50 une régression simple est calculée entre le log décimal de la concentration, comme variable explicative et le PROBIT comme variable expliquée. Une fois les données de concentration (souvent transformées en logarithme, log 10 (concentration)) et les données de mortalité transformées PROBIT obtenues, une analyse de régression linéaire est effectuée pour établir la relation entre la concentration (ou son logarithme) et la réponse (mortalité transformée). L'équation de la droite de régression sera de la forme :

où :

$$Y = a x + b$$

y est la mortalité transformée (par exemple, le probit de la mortalité).

x est la concentration (ou log10, (concentration)).

a est la pente de la droite.

b est l'ordonnée à l'origine.



Chapitre V

Résultats

Et

Discussion



CHAPITRE V. RESULTATS & DISCUSSION

5.1. Rendement de l'extraction en huile essentielle

Les rendements typiques des huiles essentielles extraites de *C. sinensis*, *C. reticulata* et *C. limon* sont de l'ordre de 2%, 3,16% et 4,2 % respectivement. Les résultats sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 9. Les rendements des huiles essentielles extraites du zeste des trois agrumes du genre *Citrus*, *C. sinensis*, *C. reticulata* et *C. limon* et *C. limon*

Les espèce des agrumes	Masse de matière sèche en (g)	Masse de HES en (ml)	Rendement de l'huile essentielle (%)
<i>Citrus sinensis</i>	100 g	2 ,00 ml	2,00 %
<i>Citrus reticulata</i>	100 g	3,16ml	3,16%
<i>Citrus limon</i>	100 g	4,25 ml	4,25 %

Le rendement obtenu en huile essentielle après extraction par hydrodistillation de type clévenger de 100 g de poudre de l'écorce (zeste) de l'orange douce (*Citrus sinensis*) était de l'ordre de 2.00 %. **Ramadhani et al. (2023)** ont rapporté des résultats qui se rapprochent le plus de ceux que nous avons obtenus, avec un rendement d'environ 1,87 % pour la même espèce récoltée et en appliquant la même méthode d'extraction. En revanche, les travaux de **Mahfuzah et al. (2023)**, de **Patricia et al. (2015)**, ainsi que **Hacib et al. (2024)** ont révélé des rendements relativement inférieurs, estimés respectivement à 1,2289 %, 0,0007 % et 0,26 %. D'autre part, **Kadapure et al. (2022)**, **Megawati (2016)** et **Dao et al. (2019)** ont observé des rendements plus élevés, avec des valeurs respectives de 2,4%, 3,2% et 3,21%. Par ailleurs, certaines études ont enregistré des rendements atteignant le double de notre valeur, notamment celles de **Taran et al. (2023)**, qui ont déterminé un rendement maximal en huiles essentielles d'environ 4%. Ainsi, les rendements les plus élevés en huile essentielle des variétés de *Citrus sinensis* ont été obtenus par **Santos et al. (2023)**, ses valeurs ont varié entre 4,28 % (*Pera DP 25*) et 5,57 % (*Valencia IAC*).

Le rendement obtenu à partir du zeste de mandarine (*Citrus reticulata*) est typique : l'huile essentielle extraite après plusieurs répétitions a donné un rendement variant entre 3% et 3,5% par hydrodistillation. Les résultats les plus similaires à ceux que nous avons obtenus sont de de l'ordre de 3,6% et 3,661%, respectivement rapportés par **Dao et al. (2020)** et **Ikarini et al. (2024)** à travers l'hydrodistillation à haute température. En revanche, **Khaing et al. (2019)** ainsi que **Rajput et al. (2023)** ont enregistré des rendements relativement inférieurs, estimés

à 0,4960 % et 1,57 % respectivement. Le rendement en huile essentielle le plus élevé a été observé à 5% et 7,2 %, ces résultats ayant été obtenus avec de l'écorce de mandarine séchée sous des conditions d'extraction optimales, comme l'indiquent les travaux de **Tran et al. (2019)** et **Dao et al. (2021)**.

Quant au rendement de l'huile essentielle (HE) extraite à partir du zeste du citron (*Citrus limon*), il se situe dans une fourchette de l'ordre de 4% à 4,5% (en poids/volume) de l'écorce séchée. Selon les travaux de **Hien et al. (2023)** ainsi que **d'Owolabi et al. (2025)**, les rendements des huiles essentielles obtenues par le processus de distillation ont été respectivement évalués à 0,10% et 0,5%. Ces résultats se révèlent significativement inférieurs à ceux que nous avons obtenus. En revanche, les études menées par **Tran et al. (2021)**, **Quyen et al. (2020)**, ainsi qu'**Alobidy et Abdulsalaam (2024)** ont rapporté des rendements plus élevés, estimés à 2,097%, 2,1% et 2,21.% respectivement. Toutefois, ces valeurs demeurent inférieures à celles que nous avons observées pour la même espèce récoltée, en utilisant la même méthode d'extraction.

Selon les travaux de **Manyako et al (2022)**, les rendements en huiles essentielles pour l'orange, le citron et la mandarine ont été respectivement mesurés à 0,65%, 0,44% et 1,17%, en utilisant une méthode de distillation à la vapeur alimentée par gaz. Par ailleurs, **Shakir et Salih (2015)** ont démontré que la distillation à la vapeur assistée par micro-ondes permettait d'obtenir des rendements en huile de l'ordre de 1,150%, 1,115% et 0,940% pour l'orange, le citron et la mandarine, respectivement.

Nos résultats confirment la richesse de notre région et la bonne qualité des agrumes. Ces résultats suggèrent que le citron offre le rendement le plus élevé en huile essentielle de ces trois agrumes, suivi de la mandarine et de l'orange, mais ces chiffres sont des moyennes qui peuvent varier considérablement en fonction des facteurs mentionnés par **Kamli et al. (2017)**. Ces facteurs peuvent être regroupés en deux grandes catégories : intrinsèques liés à la plante elle-même et à ses conditions de culture (Espèce et partie de la plante utilisée, Stade de développement, Conditions culturelles...) et extrinsèques liés aux méthodes et conditions d'extraction (Méthode d'extraction, Durée de distillation, Stockage de la matière première...).

5.2. Effet Répulsif des Huiles Essentielles extraites de trois agrumes (*C. sinensis*, *C. reticulata* et *C. limon*) contre *Tribolium castaneum*

Les pourcentages de répulsion des différentes concentrations de l'huile essentielle testée sont récapitulés au niveau du tableau 12. Ces résultats montrent une variation dans la réponse des adultes de *Tribolium castaneum* aux différentes doses (1 , 2,5 , 5 et 7.5 μ l) de ont été appliquées sur des papiers filtres, et le nombre d'insectes présents dans chaque zone a été enregistré après un temps de 2h. Nos observations ont révélé que les trois huiles essentielles testées – *Citrus sinensis*, *Citrus reticulata* et *Citrus limon* – ont toutes exercé un effet répulsif significatif sur *Tribolium castaneum* par rapport au groupe témoin (non traité). Ce résultat confirme le potentiel des huiles essentielles d'agrumes comme agents répulsifs contre ce ravageur.

Les résultats obtenus montrent des différences notables dans l'intensité de l'effet répulsif entre les trois huiles :

- Huile essentielle de *Citrus sinensis* :
 - À partir des concentrations de 2,5 μ L et 5 μ L, l'HE de *C. sinensis* a les adultes de *T. castaneum* ont démontré un pourcentage de répulsion moyen de **50%** après 2h.
 - Comme l'ont souligné **Mahmood et Hamid (2018)**, elle a montré un effet répulsif relativement stable sur la durée de l'expérience, confirmant son efficacité due probablement à sa forte teneur en limonène.
- Huile essentielle de *Citrus reticulata* :
 - L'HE de *C. reticulata* a induit un pourcentage de répulsion de 80% et 60% à 2,5 μ L et 7,5 μ L respectivement après 2h ;
 - Bien qu'efficace, son niveau de répulsion était légèrement supérieur ou comparable à celui de *C. sinensis* dans nos conditions expérimentales. À l'inverse, nos observations divergent de celles rapportées par **Saleem et al (2013)**, qui ont trouvé que l'huile essentielle de *Citrus reticulata* présentait des effets toxiques plus marqués que celle de *Citrus sinensis* contre les larves et les adultes de *Tribolium castaneum*.
- Huile essentielle de *Citrus limon* :
 - L'HE de *C. limon* a présenté un pourcentage de répulsion de 80% à tous les concentration après 2h.

- Il est à noter que *C. limon* a souvent affiché une activité répulsive parmi les plus élevées, voire supérieure, à certaines concentrations, notamment à 1 μ L et 2,5 μ L. Les données que nous avons recueillies soutiennent les résultats avancés par **Elnabawy et al (2021)** selon laquelle l'huile essentielle de *C. limon* présentait un taux de mortalité et de répulsivité plus élevé."

Tableau 12 : Impact de l'huile essentielle des agrumes sur la répulsion des adultes : analyse du nombre et du pourcentage de répulsion selon la dose

La dose (μ L)	Nombre d'individus						Pourcentage de répulsion (%)		
	Partie non traité(acétone)			Partie traité (acétone+ HE)			C. sinensis	C. reticulata	C. limon
	C. sinensis	C. reticulata	C. limon	C. sinensis	C. reticulata	C. limon			
1 μ l	14	14,33	17,66	6	5	2,33	40	56,67	76,69
2,5 μ l	14,66	17,66	18,33	5,33	2,33	1,66	46,67	76,69	84,45
5 μ l	15,33	14,66	17,66	4,66	5,33	2,33	53,34	46,67	76,69
7,5 μ l	16	15,66	18,33	4	4,33	1,33	40	56,68	84,45

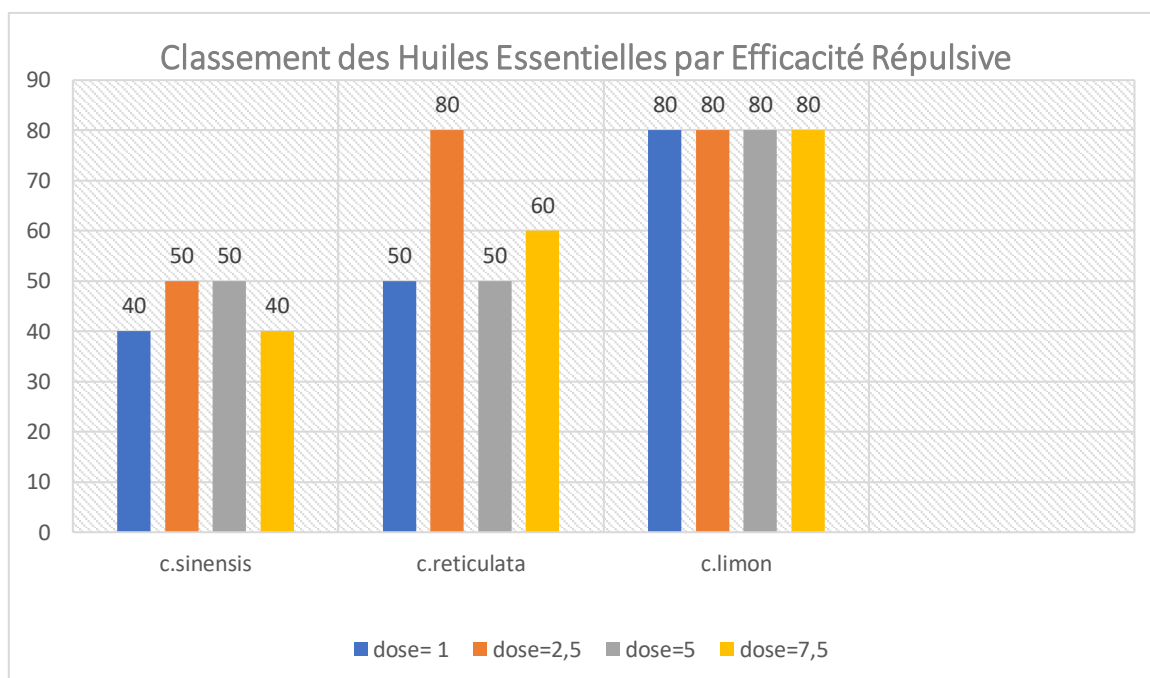
5.2.1. Classement des Huiles Essentielles par Efficacité Répulsive

Nos expériences ont révélé que les trois huiles essentielles d'agrumes possèdent un effet répulsif significatif sur *Tribolium castaneum*. Cependant, des différences notables ont été observées quant à l'intensité de cette répulsion. Selon **MCDonald et al. (1970)** le pourcentage de répulsion moyen est calculé (PR%) et attribué à l'une des différentes classes répulsives variant de 0 à V.

Nos résultats obtenus indiquent que les huiles essentielles extraites de *Citrus reticulata* (Mandarine) et de *Citrus sinensis* (Oranger doux) sont appartenent à la classe IV avec un pourcentage de répulsion de l'ordre de 80% et 61%, respectivement. L'huile essentielle extraite de *C. sinensis* vis-à-vis *T. castaneum* indique un effet modérément répulsif, qui appartient à la classe III avec un taux de répulsion de l'ordre de 45% (Tab. 13).

Tableau 13 . Classement des Huiles Essentielles par Efficacité Répulsive

Huile essentielle	Taux de répulsion	Classe de répulsion	Effet
<i>Citrus limon</i> (Citron)	80,0015	IV	Répulsive
<i>Citrus reticulata</i> (Mandarine)	61,68	IV	Modérément répulsive
<i>Citrus sinensis</i> (Oranger doux)	45,0025	III	Modérément répulsive

**Figure 24.** Classement des Huiles Essentielles des agrumes par Efficacité Répulsive

Les résultats obtenus sont cohérents avec celles de **Bilal et al (2015)**, qui ont conclu que la capacité de répulsion des cultivars de citrus vis-à-vis des adultes des *T. castaneum*, le cultivar le plus performant s'est avéré être le citron rugueux (*C. jambhiri*), affichant une valeur RD50 de 4,40 %. Il est suivi de près par le freutrall précoce (*C. reticulata var freutrall*) avec une valeur de 4,41 %, tandis que l'orange sanguine rouge (*C. sinensis*) se situe à 4,84 %.

L'efficacité répulsive de ces huiles est intrinsèquement liée à leur composition phytochimique, dominée par le 3-carène, le limonène et le β -caryophyllène ont montré de fortes activités répulsives contre *T. castaneum* selon **Luo et al. (2019)** ; Ces molécules agissent sur les chimiorécepteurs des insectes, les incitant à éviter les zones traitées. Comme l'a indiqué la même source que les huiles essentielles provenant des fruits de *Citrus medica*

L. var. sarcodactylis était significativement répulsif pour *T. castaneum* et a maintenu une longue durée à la plage de concentrations de 78,63-3,15 nL/cm².

En accord avec les découvertes de **Adusei-Mensah et al. (2014)**, nos résultats suggèrent que les activités répulsives ne corrélaient pas bien avec les concentrations de d-limonène. *C. limon*, qui selon la littérature a une teneur intermédiaire en d-limonène, a enregistré la plus haute activité répulsive dans cette étude.

Ces résultats confirment le potentiel des huiles essentielles d'agrumes comme des répulsifs naturels efficaces contre *Tribolium castaneum*. L'huile essentielle de *Citrus limon* s'impose comme le candidat le plus prometteur en raison de sa composition riche en citral. Cette étude ouvre la voie à l'intégration de ces biopesticides dans des stratégies de lutte plus écologiques pour la protection des denrées stockées.

5.3. Efficacité des huiles essentielles trois espèces *C. limon*, *C. reticulata* et *C. sinensis* par fumigation contre l'espèce ravageuse *Tribolium castaneum*

L'étude a évalué l'activité insecticide par fumigation des huiles essentielles de *Citrus sinensis* (orange douce), *Citrus reticulata* (mandarine) et *Citrus limon* (citron) contre le ravageur des denrées stockées, *Tribolium castaneum*. Les résultats obtenus mettent en évidence des différences significatives dans l'efficacité des trois huiles essentielles.

Les essais de fumigation ont été réalisés à une température optimale de **25°C** et une humidité relative de **60%**. La durée d'exposition pour tous les traitements était de 24 heures.

Les groupes témoins (sans traitement ou exposés uniquement au solvant) ont montré une mortalité très faible de 0 à 1 individu. Cette faible mortalité dans les groupes témoins valide l'imputabilité de la mortalité observée dans les groupes traités à l'action des huiles essentielles.

Les trois huiles essentielles testées ont démontré une activité insecticide par fumigation contre *Tribolium castaneum*, bien que l'efficacité ait varié significativement entre elles. L'analyse de Graphpad prism 8 a permis de déterminer les concentrations létales (CL50) pour chaque huile essentielle, ainsi que les intervalles de confiance à (IC). Les résultats sont résumés dans le figure suivante :

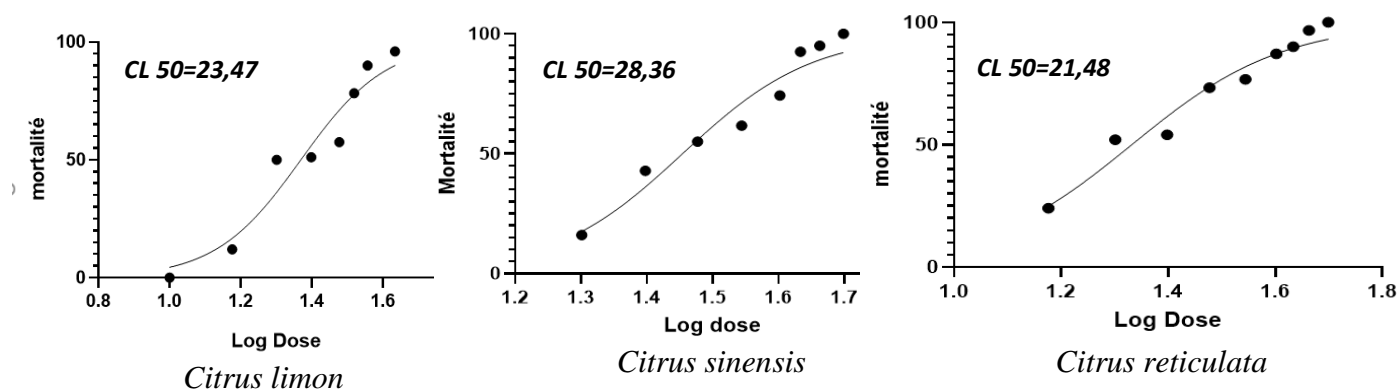


Figure 25 : Courbes dose-mortalité des huiles essentielles de *Citrus limon*, *Citrus sinensis* et *Citrus reticulata* contre *Tribolium castaneum*.

L'analyse statistique des CL50 a révélé un ordre d'efficacité clair :

- L'huile essentielle de *Citrus reticulata* a montré l'activité fumigante la plus puissante. Sa CL50 de **21,48 $\mu\text{L/L}$** était significativement inférieure à celle de *C. sinensis* et *C. limon*. Cela signifie qu'une concentration bien plus faible d'huile de Mandarine est nécessaire pour obtenir un effet mortel comparable sur *Tribolium castaneum*.
- L'huile essentielle de *Citrus limon* s'est classée en deuxième position, avec une CL50 de **23,47 $\mu\text{L/L}$** . Bien qu'efficace, elle a requis une concentration plus élevée que *C. reticulata* pour atteindre 50% de mortalité.
- L'huile essentielle de *Citrus sinensis* a présenté l'activité la plus faible parmi les trois, avec une CL50 de **28,36 $\mu\text{L/L}$** . Elle a nécessité la concentration la plus élevée pour atteindre les seuils de mortalité.



Conclusion

Conclusion

V. CONCLUSION

La présente étude s'inscrit dans le cadre de la recherche des solutions alternatives de l'utilisation des produits chimiques, visant à atténuer les pertes causées par les insectes nuisibles aux denrées stockées. Elle se concentre sur l'évaluation des propriétés répulsives et insecticides de trois huiles essentielles extraites du zeste de trois plantes du genre *Citrus* (*C. limon*, *C. reticulata*, *C. sinensis*) prélevés de la région d'El Tarf, en particulier en ce qui concerne ses effets sur les adultes de *Tribolium castaneum*, par inhalation dans des conditions contrôlées. Les résultats obtenus montrent :

Les rendements en huiles essentielles pour l'orange, le citron et la mandarine ont été respectivement mesurés, sont de l'ordre de 2,00 %, 3,16 % et 4,25 %, en utilisant l'hydrodistillateur de type Clevenger.

La capacité de répulsion des cultivars des citrus face aux adultes de *T. castaneum* est notable. Le cultivar le plus efficace s'est révélé être le citron (*Citrus limon*), avec Taux de répulsion de l'ordre de 80%, suivi de près par Mandarine (*Citrus reticulata*), qui présente un Taux de répulsion de l'ordre de 61,68 %, tandis que l'orange douce (*C. sinensis*) a montré un de répulsion de l'ordre de 45 %.

Les trois huiles essentielles de *Citrus limon*, *Citrus sinensis* et *Citrus reticulata* évaluées ont révélé une activité insecticide par fumigation à l'égard de *Tribolium castaneum*, bien que leur efficacité ait présenté des variations significatives. L'analyse de Graphpad prism 8 a été utilisée pour établir les concentrations létales CL50 pour chacune des huiles essentielles, *Citrus reticulata* : 21,48 µL/L , *Citrus limon* : 23,47 µL/L et *Citrus sinensis* : 28,36 µL/L.

Notre recherche vise à explorer l'utilisation des plantes aromatiques en tant que bio-insecticides pour la protection des denrées stockées. Afin de compléter les expériences déjà menées, nous suggérons plusieurs axes de recherche, notamment :

- L'évaluation de l'efficacité de ces huiles essentielles (HEs) sur les ravageurs principaux des céréales, dans le but de réaliser une étude comparative.
- La conduite d'études toxicologiques sur les HEs, en examinant les différents stades de développement de l'insecte (œufs, larves, nymphe) du *Tribolium castaneum* ainsi que d'autres insectes nuisibles aux grains stockés.
- L'analyse de l'activité des composés chimiques majeurs présents dans les HEs, tels que le limonène, en relation avec le cycle de développement des ravageurs.

Référence bibliographique

Référence bibliographique

Abdullahi, G., Muhamad, R., & Sule, H. (2019). Biology, host range and management of red flour beetle *Tribolium castaneum* (Herbst)(Coleoptera:Tenebrionidae): a review. *Taraba Journal of Agricultural Research*, 7(1), 48-64.

Adusei-Mensah, F., Inkum, E., Mawuli Agbale, C., & Eric, A. (2014). Comparative evaluation of the insecticidal and insect repellent properties of the volatile oils of *Citrus aurantifolia* (lime), *Citrus sinensis* (sweet orange) and *Citrus limon* (lemon) on *Camponotus nearcticus* (carpenter ants). *International Journal of Novel Research in Interdisciplinary Studies*, 1(2), 19-25.

AFSSAPS, 05/08. Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles

Agusti, M., Zaragoza, S., Bleiholder, H., Buhr, L., Hack, H., Klose, R., & Staub, R. (1997). Adaptation de l'échelle BBCH à la description des stades phénologiques des agrumes du genre *Citrus*. *Fruits*, 52(5), 287-295.

Ainane, A., Khammour, F., M'hamad, E., Talbi, M., El Hassan, A. B. B. A., Cherroud, S., & Ainane, T. (2018). Composition chimique et activité anti insecticide des huiles essentielles de *Thymus* du Maroc: *Thymus capitatus*, *Thymus bleicherianus* et *Thymus satureioides*. *Proceedings Biosune*, 1, 96-100.

Akinyemi, A. O., Babarinde, S. A., Adetunji, H. O., & Alalade, O. K. (2024). Effect of pre-exposure on the insecticidal and repellency properties of *Citrus paradisi* peel essential oil against *Tribolium castaneum*.

Aliouane, F. (2015). *Etude de l'extraction du limonène à partir des écorces d'orange* (Doctoral dissertation, UMMTO).

Alobidy, A., & Abdulsalaam, S. R. (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*, 4(1).

Amarti, F., Satrani, B., Aafi, A., Ghanmi, M., Farah, A., Aberchane, M., ... & Chaouch, A. (2008). Composition chimique et activité antimicrobienne des huiles essentielles de *Thymus capitatus* et de *Thymus bleicherianus* du Maroc. *Phytothérapie*, 6(6), 342-347.

Référence bibliographique

- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., & Idaomar, M. (2008).** Biological effects of essential oils—a review. *Food and chemical toxicology*, *46*(2), 446-475.
- Baldwin, E. A. (1993).** Citrus fruit. In *Biochemistry of fruit ripening* (pp. 107-149). Dordrecht: Springer Netherlands
- Batta, Y. A., & Kavallieratos, N. G. (2018).** The use of entomopathogenic fungi for the control of stored-grain insects. *International Journal of Pest Management*, *64*(1), 77-8
- Bilal, H., Akram, W., Hassan, S. A., Zia, A., Bhatti, A. R., Mastoi, M. I., & Aslam, S. (2015).** Insecticidal and repellent potential of citrus essential oils against *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae). *Pakistan Journal of Zoology*, *47*(4).
- Bonneton, F. (2010).** Quand *Tribolium* complémente la génétique de la drosophile. *médecine/sciences*, *26*(3), 297-304.
- Boukhatem, M. N., Ferhat, A., & Kameli, A. (2019).** Méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles: revue de littérature. *Une*, *3*(4), 1653-1659.
- Bousbia, N., Vian, M. A., Ferhat, M. A., Meklati, B. Y., & Chemat, F. (2009).** A new process for extraction of essential oil from Citrus peels: Microwave hydrodiffusion and gravity. *Journal of Food Engineering*, *90*, 409-413.
- Brah, A. S., Armah, F. A., Obuah, C., Akwetey, S. A., & Adokoh, C. K. (2023).** Toxicity and therapeutic applications of citrus essential oils (CEOs): A review. *International Journal of Food Properties*, *26*(1), 301-326.
- Brat, P., Ollé, D., Gancel, A. L., Reynes, M., & Brillouet, J. M. (2001).** Essential oils obtained by flash vacuum-expansion of peels from lemon, sweet orange, mandarin and grapefruit. *Fruits*, *56*(6), 395-402
- Buffa, A., De La Gironiere, H., & Lemoine, J. P. (1960).** L'industrie des agrumes en Algérie. *Fruits*, *15*(9), 401-405.)
- Caballero-Gallardo, K., Olivero-Verbel, J., & Stashenko, E. E. (2011).** Repellent activity of essential oils and some of their individual constituents against *Tribolium castaneum* Herbst. *Journal of Agricultural and Food chemistry*, *59*(5), 1690-1696

Référence bibliographique

- Caccioni, D. R., Guizzardi, M., Biondi, D. M., Renda, A., & Ruberto, G. (1998). Relationship between Volatile components of citrus fruit Essential Oils and Antimicrobial Action on *Penicillium digitatum* and *Penicillium italicum*, Elsevier International Journal of Food Microbiology, 43: 73-79.
- Campbell, J. F., & Runnion, C. (2003). Patch exploitation by female red flour beetles, *Tribolium castaneum*. *Journal of insect science*, 3(1), 20.
- Chaubey, M. K. (2016). Fumigant and contact toxicity of *Allium sativum* (Alliaceae) essential oil against *Sitophilus oryzae* L.(Coleoptera: Dryophthoridae). *Entomology and Applied Science Letters*, 3(2-2016), 43-48..)
- Chaubey, M. K. (2023). Red flour beetle, *Tribolium castaneum* (Herbst): Biology and management. *Int J Zool Appl Biosci*, 8, 11-21.
- Curk, F. (2014). *Organisation du complexe d'espèce et décryptage des structures des génomes en mosaïque interspécifiques chez les agrumes cultivés* (Doctoral dissertation, Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc).
- Curk, F. (2014). *Organisation du complexe d'espèce et décryptage des structures des génomes en mosaïque interspécifiques chez les agrumes cultivés* (Doctoral dissertation, Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc).
- Curk, F., & Ollitrault, P. (2018). L'évolution des agrumes revisitée.
- Curk, F., Luro, F., Minuto, G., & Nieddu, G. (2022). Les agrumes du Nord de la Méditerranée)
- Dao, T. P., Danh, V. T., Linh, H. T. K., Tran, T. H., Quan, P. M., Pham, N. D. Y., ... & Trung, L. N. Y. (2019). Extraction of essential oils from Vietnam's orange (*Citrus sinensis*) peels by hydrodistillation: Modeling and process optimization. *Asian Journal of Chemistry*, 31, 2827-2833.
- Dao, T. P., Quyen, N. T. C., Nhi, T. T. Y., Nguyen, C. C., Nguyen, T. T., & Le, X. T. (2021). Response surface methodology for optimization studies of hydro-distillation of essential oil from pixie mandarin (*Citrus reticulata* Blanco) peels. *Polish Journal of Chemical Technology*, 23(4), 26-34.

Référence bibliographique

- Devi, M. B., & Devi, N. V. (2015).** Biology of rust-red flour beetle, *Tribolium castaneum* (Herbst)(Coleoptera: Tenebrionidae)
- Dhifi, W., Bellili, S., Jazi, S., Bahloul, N., & Mnif, W. (2016).** Essential oils' chemical characterization and investigation of some biological activities: A critical review. *Medicines*, 3(4), 25.
- Djrbal, M. (2023).** *Revue bibliographique sur les huiles essentielles* (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
- Dupaigne, P., & Capo Canellas, J. P. (1962).** Notes sur l'utilisation des déchets de l'industrie des agrumes.
- Elnabawy, E. S. M., Hassan, S., & Taha, E. K. A. (2021).** Repellent and toxicant effects of eight essential oils against the red flour beetle, *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae). *Biology*, 11(1),3.
- Etebu, E., & Nwauzoma, A. B. (2014).** A review on sweet orange (*Citrus sinensis* L Osbeck): health, diseases and management. *American Journal of Research Communication*, 2(2), 33-70.
- FAO. 2014.** FAOSTAT <http://faostat3.fao.org/home/E>.
- Gao, S., Liu, X., Liu, J., Xiong, W., Song, X., Wu, W., ... & Li, B. (2017).** Identification and evolution of latrophilin receptor gene involved in *Tribolium castaneum* development and female fecundity. *Genesis*, 55(12), e23081
- Gioffrè, G., Ursino, D., Labate, M. L. C., & Giuffrè, A. M. (2020).** The peel essential oil composition of bergamot fruit (*Citrus bergamia*, Risso) of Reggio Calabria (Italy): A review. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 32(11), 835-845.
- Gmitter, F. G., Chen, C., Nageswara Rao, M., & Soneji, J. R. (2007).** Citrus fruits. *Fruits and Nuts*, 265-279.
- Goetz, P. (2014).** Citrus limon (L.) Burm. f.(Rutacées) citronnier. *Phytothérapie*, 12, 116-121.

Référence bibliographique

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(28), 40748-40757.

Hanif, M. A., Nisar, S., Khan, G. S., Mushtaq, Z., & Zubair, M. (2019). Essential oils. *Essential oil research: trends in biosynthesis, analytics, industrial applications and biotechnological production*, 3-17

Hashem, A. S., Awadalla, S. S., Zayed, G. M., Maggi, F., & Benelli, G. (2018). Pimpinella anisum essential oil nanoemulsions against *Tribolium castaneum*—insecticidal activity and mode of action. *Environmental Science and Pollution Research*, 25, 18802-1881

HEBBAZ, B. E. W., & BERRAMDANE, (2020)A. *Les ravageurs des denrées stockées de la région de Oued Righ: cas de la bruche du pois chiche Callosobruchus maculatus (Fabricius, 1775)(Coleoptera, Bruchidae)* (Doctoral dissertation, Les ravageurs des denrées stockées de la région de Oued Righ: cas de la bruche du pois chiche *Callosobruchus maculatus* (Fabricius, 1775)(Coleoptera, Bruchidae).).

Hien, T. T., Tuu, T. T., Le, X. T., Tran, B. L., & Huynh, X. P. (2023). Application of pressing and hydro distillation technology in the extraction of seedless lemon essential oil (*Citrus latifolia* Tanaka). In *E3S Web of Conferences* (Vol. 434, p. 03001). EDP Sciences.

Huet, R. (1967). L'identification des huiles essentielles d'agrumes par chromatographie en phase gazeuse. *Fruits*, 22(4), 177-181.

Ikarini, I. A., Yuwono, S. S., Putri, W. D. R., & Winarti, C. (2024). Mandarin citrus (*Citrus reticulata* Blanco cv. Terigas) peel essential oil as a potential nanoemulsion ingredient: Formulation, physicochemical characterization, and antibacterial activity. In *BIO Web of Conferences* (Vol. 123, p. 02004). EDP Sciences

Imbert, E. (2005). Les agrumes de méditerranée. Un sur deux!.)

Imbert, E. (2014). Principales variétés d'agrumes.)

Issrani, R. K., Shaikh, A. M., Larik, S. A., Kanwal, R., Soomro, F., Soomro, F. A., ... & Panhwar, W. A. (2024). Biology of red flour beetle, *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797), in two flour media under laboratory conditions. *Journal of Wildlife and Biodiversity*, 8(3), 340-347.

Référence bibliographique

Juhé-Beaulaton, D. (1994). Les jardins des forts européens de Ouidah (Bénin): premiers jardins d'essai. *Cahiers du Centre de Recherches Africaines.*, 84-105)

Kačániová, M., Čmiková, N., Vukovic, N. L., Verešová, A., Bianchi, A., Garzoli, S., ... & Vukic, M. D. (2024). Citrus limon essential oil: chemical composition and Selected biological properties focusing on the antimicrobial (in vitro, in situ), Antibiofilm, Insecticidal activity and preservative effect against *Salmonella enterica* inoculated in carrot. *Plants*, 13(4), 524.

Kadapure, S. A., Kadapure, P., Anjali, C., Akansha, B., Sabera, B., Sanket, M., & Shet, A. (2022, February). Extraction of essential oil from sweet lime orange peel: a comparison study. In *Materials Science Forum* (Vol. 1048, pp. 468-475). Trans Tech Publications Ltd.

Kaddour, B. O. U. D. E. R. O. U. A. (2013). *THESE POUR L'OBTENTION DU TITRE DE DOCTEUR EN SCIENCES AGRONOMIQUES* (Doctoral dissertation, UNIVERSITE ABDELHAMID IBN BADIS-MOSTAGANEM).

Kademi, H. I., & Garba, U. (2017). Citrus peel essential oils: a review on composition and antimicrobial activities. *International Journal of Food Safety, Nutrition, Public Health and Technology*, 9(5), 38-44.

Kaloustian J. 2012. La connaissance des huiles essentielles : qualitologie et aromathérapie. Edition springer. Paris, France

Kaloustian, J., & Hadji-Minaglou, F. (2012). *La connaissance des huiles essentielles: qualitologie et aromathérapie; Entre science et tradition pour une application médicale raisonnée* (p. 226). Paris, France:: Springer.

Kamli, T. E., Errachidi, F., Eloutassi, N., Majid, H., Chabir, R., & Bour, A. (2017). Comparaison quantitative et qualitative des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis* obtenues par différentes méthodes. *European Scientific Journal July*, 13(21), 1857-7881.

Khaing, T., Win, K. H., & Khaing, Y. K. (2019). Phytochemical screening, antimicrobial activities and extraction of essential oil from the peel of *Citrus reticulata* Blanco. *Int. J. Sci. Res. Publ*, 9(7), 750-754.

Référence bibliographique

Khefifi, H. (2015). *Etudes physiologiques et génétiques de caractères morpho-physico-chimiques des fruits d'agrumes au cours de la maturation jusqu'à l'abscission* (Doctoral dissertation, Montpellier SupAgro; Institut national agronomique de Tunisie).

Kim YW, Kim MJ, Chung BY, et al. (2013) Safety evaluation and risk assessment of D-limonène. *J Toxicol Environ Health B Crit Rev* 16: 17–38

Klingler, M., & Bucher, G. (2022). The red flour beetle *T. castaneum*: elaborate genetic toolkit and unbiased large scale RNAi screening to study insect biology and evolution. *EvoDevo*, 13(1), 14.

Koutti, A., Bounaceur, F., & Razi, S. (2017). Diversité et distribution spatiale des thrips sur différentes variétés d'agrumes en Algérie. *AGROBIOLOGIA*, 7(1), 263-273.)

Lim, T. K., & Lim, T. K. (2012). *Citrus reticulata*. *Edible Medicinal And Non-Medicinal Plants: Volume 4, Fruits*, 695-720

Liu, Y., Heying, E., & Tanumihardjo, S. A. (2012). History, global distribution, and nutritional importance of citrus fruits. *Comprehensive reviews in Food Science and Food safety*, 11(6), 530-545.

Luo, C., Li, D., Wang, Y., Guo, S., Zhang, D., & Du, S. (2019). Chemical composition and insecticide efficacy of essential oils from *Citrus medica* L. var. *sarcodactylis* Swingle against *Tribolium castaneum* Herbst in stored medicinal materials. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 22(5), 1182-1194.

Mahfuzah, R. L., Elwina, E., & Dewi, R. (2023). Penyulingan Dan Karakterisasi Minyak Atsiri Dari Kulit Jeruk Peras (*Citrus x microcarpa* Bunge) Dengan Metode Distilasi Uap Air. *Jurnal Riset, Inovasi, Teknologi & Terapan*, 1(2), 38-42.

Mahmood, N. F., & Hamid, N. A. (2018). Toxicity of selected essential oil against red flour beetle (*Tribolium castaneum*) by using fumigant bioassay.

Majeed, M. Z., Javed, M., Khaliq, A., & Afzal, M. (2016). Estimation of losses in some advanced sorghum genotypes incurred by red flour beetle, *Tribolium castaneum* L.(Herbst.)(Tenebrionidae: Coleoptera). *Pakistan Journal of Zoology*, 48(4)

Malik, M. N., Scora, R. W., & Soost, R. K. (1974). Studies on the origin of the lemon.

Référence bibliographique

Manyako, K. E., Chiyanzu, I., Mulopo, J., & Abdulsalam, J. (2022). Pilot-scale evaluation of concentrating solar thermal technology for essential oil extraction and comparison with conventional heating sources for use in Agro-based industrial applications. *ACS omega*, 7(24), 20477-20485.

Massaid, F. (2017). *Extraction d'huile essentielle a partir des ecorces des oranges-modélisation* (Doctoral dissertation, UMMTO).

Megawati, M. (2016). Ekstraksi Minyak Atsiri Kulit Jeruk Manis Dengan Metode Vacuum Microwave Assisted Hydrodistillation. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 4(2), 61-67.

Milind, S. L. (2008). Citrus fruit: biology, technology and evaluation. *Academic Press is an Imprint of Elsevier, USA*.

Mimouni, C. (2023). Plans de développement agricole en Algérie: Etat des lieux et leur impact sur la production agricole de 2000 à 2019. *Revue Finance & Marchés*, 10(2), 121-142.)

Moussa, K. (2024). *Extraction et Caractérisation des huiles essentielles et des extraits des trois plantes Curcuma, Absinthe, la corète potagère: Etude comparative de leurs éléments minéraux* (Doctoral dissertation)

Myers, P., R. Espinosa, C. S. Parr, T. Jones, G. S. Hammond, and T. A. Dewey. 2016. The Animal Diversity Web (online). Accessed at <http://animaldiversity.org>.

Nenaah, G. E. (2014). Chemical composition, toxicity and growth inhibitory activities of essential oils of three Achillea species and their nano-emulsions against Tribolium castaneum (Herbst). *Industrial Crops and Products*, 53, 252-260.

Obeng-Ofori, D. (2010). Residual insecticides, inert dusts and botanicals for the protection of durable stored products against pest infestation in developing countries. *Julius-Kühn-Archiv*, (425), 774.

Ocampo J. A. (2008). Atlas des produits de base. United Nations Publications, 56 p.

Ollitrault, P., Jacquemond, C., Dubois, C., & Luro, F. (1999). Les agrumes

Osman, A. (2019). Citrus oils. *Fruit oils: Chemistry and functionality*, 521-540.

Référence bibliographique

Owolabi, T. A., Okubor, P. C., Danga, J., & Onimisi, I. (2025). Insecticidal effect of Essential Oils of Citrus limon, Cymbopogon citratus and Syzygium aromaticum and their Synergistic Combinations Against Anopheles Mosquitoes. *Acta Biologica Slovenica*, 68(2).

Palazzolo, E., Laudicina, V. A., & Germanà, M. A. (2013). Current and potential use of citrus essential oils. *Curr. Org. Chem*, 17(24), 3042-3049.

Patricia, K. D., Martial, B. O. G., & Yvonne, D. K. K. J. (2015). Phytochemical screening of essential oil of citrus sinensis by Gas Chromatography-Flame Ionization detector. *J. Agric. Sci. Technol. B*, 5, 193-196.

PEYRON L., 1992 : Techniques classiques actuelles de fabrication des matières premières naturelles aromatiques. Chapitre 10, pp 217 – 238. Cité In : Les arômes alimentaires. Coordinateurs RICHARD H. et MULTON J.-L. Ed. Tec & Doc-Lavoisier et Apria. 438 p.

Poirot, T. (2016). Bon usage des huiles essentielles, effets indésirables et toxicologie. *Mémoire de thèse, UNIVERSITE DE LORRAINE, Faculté de pharmacie*, 97.

Praloran, J. C. (Ed.). (1971). *Les agrumes*. G.-P. Maisonneuve & Larose.

Pure, N. J. Chemical Variability and Fumigant Toxicity of Essential Oils from Peels of Citrus reticulata L. Native to Nigeria* IIsmaeel Ridwan Olanrewaju, 1Usman Ajao Lamidi and 2Ojumoola Olusegun Adebayo. 2024.

Quyen, N. T. T., Quyen, N. T. N., Linh, H. T. K., Le Ngoc, T. T., Anh, H. L. T., Nguyen, N. H. K., ... & Cang, M. H. (2020). Essential oil from lemon (Citrus aurantifolia) grown in Ben Tre Province, Vietnam: Condition extraction, chemical composition and antibacterial properties. *Asian J. Chem*, 32, 965-969.

Rajput, S., Kaur, S., Panesar, P. S., & Thakur, A. (2023). Supercritical fluid extraction of essential oils from Citrus reticulata peels: Optimization and characterization studies. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 13(16), 14605-14614.

Ramadhani, A. N., Malik, A. F., & Fitriana, W. R. (2023). Utilization of Wasted Cooking Oil and Essential Oil of Sweet Orange Peel (Citrus sinensis) as Aromatherapy Candles. *Equilibrium Journal of Chemical Engineering*, 7(2), 191-198.

Référence bibliographique

Rassem, H. H., Nour, A. H., & Yunus, R. M. (2018). Biological activities of essential oils— A review. *Pacific International Journal*, 1(2), 1-14.

Safavi, S. A., & Mobki, M. (2012). Fumigant toxicity of essential oils from Citrus reticulata Blanco fruit peels against Tribolium castaneum Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae). *Journal of Crop Protection*, 1(2), 115-120.

Santos, F. R. D., Souza, J. L. D. C., Silva, B. R. D., Pereira, C. C. D. O., Flores, R. A., & Souza, E. R. B. D. (2023). Yield of essential oil from varieties of Citrus sinensis (L.) Osbeck. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 45, e-496.

Serra, D. D. R., & Ollitrault, P. (1992). L'amélioration des agrumes: I-Les ressources génétiques. *Fruits*, 47(spec), 115-123.

Shakir, I. K., & Salih, S. J. (2015). Extraction of essential oils from citrus by-products using microwave steam distillation. *Iraqi Journal of Chemical and Petroleum Engineering*, 16(3), 11-22.

Soulier, M. C., & Costamagno, S. (2018). Le stockage alimentaire chez les chasseurs-cueilleurs paléolithiques. *Techniques & Culture. Revue semestrielle d'anthropologie des techniques*, (69), 88-103.

Spreen, T. H. (2001). Projections de la production et de la consommation mondiales d'agrumes en 2010. Symposium sur les agrumes, Chine/FAO.)

Swingle W. T. (1967), The botany of Citrus and its wild relatives. The citrus industry, pp. 190-430.

Tefiani, C. (2015). Les propriétés biologiques des huiles essentielles de curcuma longa, ammoides verticillata et thymus ciliatus sp. eu-ciliatus. *Thse de Doctorat en sciences de l'universit de Mostaganem*.

Tongnuanchan, P., & Benjakul, S. (2014). Essential oils: extraction, bioactivities, and their uses for food preservation. *Journal of food science*, 79(7), R1231-R1249.

Tran, K. N. T., Ngo, C. Q. T., Tran, B. L., To, P. M. N., Huynh, P. X., & Pham, T. V. (2023). Hydrodistillation of essential oil from peels of orange (Citrus sinensis) in the Mekong Delta, Vietnam: Process optimization and chemical profiling. *Food Research*, 7(6), 272-277.

Référence bibliographique

Tran, T. H., Nguyen, T. N. Q., Le, X. T., Phong, H. X., & Long, T. B. (2021, March). Optimization of operating conditions of Lemon (*Citrus aurantifolia*) essential oil extraction by Hydro-distillation process using response surface methodology. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (Vol. 1092, No. 1, p. 012094). IOP Publishing.

Tran, T. H., Quyen, N. T., Linh, H. T. K., Ngoc, T. T. L., Quan, P. M., & Toan, T. Q. (2019). Essential oil from Vietnamese Mandarin (*Citrus reticulata* Blanco) using hydrodistillation extraction process and identification of it's components. *Solid State Phenomena*, 298, 100-105

Tranchida, P. Q., Bonaccorsi, I., Dugo, P., Mondello, L., & Dugo, G. (2012). Analysis of Citrus essential oils: state of the art and future perspectives. A review. *Flavour and Fragrance Journal*, 27(2), 98-123.

Usman, M., & Fatima, B. (2018). Mandarin (*Citrus reticulata* blanco) breeding. *Advances in Plant Breeding Strategies: Fruits: Volume 3*, 465-533.

Wu, P., Tang, X., Jian, R., Li, J., Lin, M., Dai, H., ... & Hong, W. D. (2021). Chemical composition, antimicrobial and insecticidal activities of essential oils of discarded perfume lemon and leaves (*Citrus limon* (L.) Burm. F.) as possible sources of functional botanical agents. *Frontiers in Chemistry*, 9, 679116.

Zayse, Z., & Gashu, M. (2022). Chemical Profiling and Applications of Lemon (*Citrus limon*) and Orange (*Citrus sinensis*) fruit peels Essential oils for flavoring as a means for municipal waste Management. *Berhan International Research Journal of Science and Humanities*, 6(1), 1-16.

Zongo, S., Ilboudo, Z., Waongo, A., Gnankiné, O., Doumma, A., Sembène, M., & Sanon, A. (2015). Risques liés à l'utilisation d'insecticides au cours du stockage du niébé (*Vigna unguiculata* L. Walp.), dans la région centrale du Burkina-Faso. *Rev Cames*, 3(01), 24-31.