

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
المدرسة الوطنية العليا للفلاحة الحراش - الجزائر
ÉCOLE NATIONALE SUPERIEURE AGRONOMIQUE EL HARRACH-ALGER

Thèse

En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en sciences agronomiques

Option : Agroécosystème et stress biologique

Thème

***Adventices des cultures : Phytodiversité et
moyens de lutte***

Présentée par : Sara Benchaa

Soutenue le 01 /12 /2021

Membres de jury

Président : M^{me}. Boureghda Houda (Professeure à ENSA).

Directeur de thèse : Mr. Abdelkrim Hacène (Professeur à ENSA).

Examineurs :

Mr. Amirouche Rachid (Professeur à l'Université des Sciences et de la
Technologie Houari Boumédiène)

Mr. Bényoussef El-Hadi (Professeur à l'École Nationale Polytechnique)

Année universitaire : 2015/2021

Remerciements

Cette thèse a été développée au sein de laboratoire de phytopathologie et biologie moléculaire de l'École Nationale Supérieure d'Agronomie et le département de Biologie, Unité Écologie et Évolution de l'Université de Fribourg, Suisse.

La première partie de la thèse a été financé par la Confédération Suisse grâce à la Bourse d'Excellence pour l'année 2018-2019. La deuxième partie a été effectuée à l'ENSA.

A toutes ces instances nationales et internationales, je leur exprime mes plus vifs remerciements.

Je tiens à adresser en premier lieu mes plus sincères remerciements aux personnes qui m'ont encadré durant ces cinq années de thèse :

-Monsieur Abdelkrim Hacène, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie, qui m'a fait l'honneur de diriger mes travaux de recherche. Ses conseils et ses orientations m'ont été fort utiles.

-Monsieur Müller-Schärer Heinz, Professeur au Département de Biologie, Université de Fribourg merci infiniment pour la confiance, l'accueil et pour tout le savoir que vous m'avez transmis depuis mon arrivé en Suisse. Un grand merci encore pour les sorties faites tous ensemble avec le groupe.

Un grand remerciement à Monsieur Hazzit Mohamed, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie pour sa disponibilité, ses conseils et surtout son aide ; qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

Je tiens à remercier Professeure Boureghda Houda d'avoir accepté de présider mon jury.

Mes remerciements vont aussi aux Professeurs Amirouche Rachid et Benyoussef El-Hadi pour avoir bien voulu faire partie de mon jury et d'examiner mes travaux de recherche.

Je remercie Bouchemousse Sarah, qui a suivi avec intérêt l'élaboration de travail envisagé en Suisse. Ses remarques et ses corrections m'ont permis d'améliorer la qualité de

mon document. Je tiens à remercier aussi Sun Yan qui étaient là tout le temps pour des discussions fructueuses et des conseils pour l'analyse des données.

Je remercie encore Favre Patrick pour son aide à l'enregistrement des données dans la serre pour les deux expériences de premier chapitre.

Un grand remerciement à ma chère collègue et amie Nesma pour tout (présence, aide, conseils.....).

Merci pour mes chères amies ; Sara et Betty

J'adresse un remerciement très particulier à mon mari Abdou pour son aide (sorties, échantillonnage, encouragement, compréhension.....)

Enfin, je souhaite remercier ma chère famille Benchaa et Ayouaz pour leur soutien constant.

Cette thèse, est l'aboutissement de longues années d'études, je la dois beaucoup à mes parents et y compris ma tante Fatima pour leur soutien indéfectible, ils ont toujours su me redonner confiance afin de mener à bon port cette thèse. À mes sœurs Wassila et Chafika pour leur soutien. À mes deux chers frères Djamel et Kamel. Vous êtes les meilleurs... Ma petite ange : ma princesse Layane merci pour la joie, l'amour, la tendresse et bien d'autres choses que je ne peux pas les décrire que tu m'as rajouté et offert. Après avoir présenté mes chaleureux remerciements à toutes ces personnes, il est l'heure de rendre hommage aux personnes chers qui sont parti dans l'au-delà, je dédie ce travail à la mémoire de mes chers grands parents, que Dieu les accueille dans son vaste paradis.

TABLE DES MATIÈRES

LISTE DES TABLEAUX.....	II
LISTE DES FIGURES.....	II
LISTE D'ABRÉVIATION.....	VII
INTRODUCTION.....	1
I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE.....	8
I.1. PREMIÈRE PARTIE.....	8
I.1.1. Culture du blé.....	8
I.1.1.1. Importance de la culture du blé.....	8
I.1.1.1.1. Importance de la culture du blé dans le monde.....	8
I.1.1.1.2. Importance de la culture du blé en Algérie.....	8
I.1.1.2. Facteurs biotiques et abiotiques diminuant le rendement de la culture du blé.....	9
I.1.2. Adventices des cultures.....	10
I.1.2.1. <i>Sinapis arvensis</i> L.....	10
I.1.2.1.1. Position taxonomique.....	10
I.1.2.1.2.1. Dans le monde.....	11
I.1.2.1.2.2. En Algérie.....	11
I.1.2.1.3. Étude morphologique.....	11
I.1.2.1.4. Physiologie de la croissance et du développement.....	12
I.1.2.1.5. Écologie.....	12
I.1.2.1.6. Phénologie.....	12
I.1.2.1.7. Nuisibilité.....	13
I.1.2.1.7.1. Nuisibilité primaire.....	13
I.1.2.1.7.2. Nuisibilité secondaire.....	14
I.1.2.1.8. Résistance aux herbicides.....	14
I.1.3. Diversité génétique.....	14
I.1.3.1. Génétique qualitative (<i>Fst</i>).....	14
I.1.3.2. Génétique quantitative (<i>Qst</i>).....	15

I.1.3.2.1. Variabilité des traits quantitative des adventices	15
I.2. DEUXIEME PARTIE.....	16
I.2.1. Biopesticides	16
I.2.1.1. Définition.....	16
I.2.1.2. Classification	16
I.2.1.2.2. Biopesticides animaux	16
I.2.2. Substances allelochimiques.....	17
I.2.2.1. Allélopathie	17
I.2.2.1.1. Définition.....	17
I.2.2.2. Allélopathines ou composants allélopathiques.....	17
I.2.2.3. Potentiel herbicide	18
I.2.2.4. Sources et production	18
I.2.3. Huiles essentielles comme sources de pesticides naturels	18
I.2.3.1. Définition.....	18
I.2.3.2. Sources et production	20
I.2.3.3. Analyses, composition et propriétés chimiques	21
I.2.3.4. Potentiel biocide	22
I.2.3.5. Potentiel herbicide des huiles essentielles	22
I.2.3.5.1. Efficacité	22
I.2.3.5.2. Commercialisation	23
I.2.3.5.3. Modes d’application et formulation.....	23
I.2.4. Plantes aromatiques étudiées.....	24
I.2.4.1. <i>Thymus fontanesii</i> Boiss. et Reut.....	24
I.2.4.1.1. Position systématique.....	24
I.2.4.1.2. Description botanique et écologique.....	24
I.2.4.1.3. Distribution géographique	25
I.2.4.2. <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> Briq. (L.).....	25

I.2.4.2.1. Position systématique.....	25
I.2.4.2.2. Description botanique et écologique.....	25
I.2.4.2.3. Distribution géographique	25
I.2.4.3. <i>Eucalyptus citriodora</i> Hook.	25
I.2.4.3.1. Position systématique.....	25
I.2.4.3.2. Description botanique et écologique.....	26
I.2.4.3.3. Distribution géographique	26
II. MATÉRIEL ET MÉTHODES	27
II.1. PREMIERE PARTIE	27
II.1.1. Étude de la phénologie de la moutarde des champs (<i>Sinapis arvensis</i>) dans la culture de blé dur (<i>Triticum durum</i>)	27
II.1.1.1. Site d'étude.....	27
II.1.1.2. Étude phénologique.....	27
II.1.2. Étude des traits quantitatifs et phénologiques des populations de <i>Sinapis arvensis</i> échantillonnées le long d'un gradient longitudinal dans deux différents habitats	27
II.1.2.1. Échantillonnage des graines, germination et croissance des plantes de <i>Sinapis arvensis</i>	27
II.1.2.2. Evaluation des traits quantitatifs (étude I).....	30
II.1.3. Evaluation de niveau de résistance de <i>Sinapis arvensis</i> à l'herbicide inhibiteur d'ALS (étude II)	31
II.1.4. Analyse des données	33
II.2. DEUXIEME PARTIE	35
II.2.1. Matériel végétal	35
II.2.2. Extraction des huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Eucalyptus citriodora</i> et <i>Satureja calamintha</i>	35
II.2.3.1. Analyse par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID).....	36
II.2.3.2. Analyse par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS)	36

II.2.3.3. Identification des composants	36
II.2.4. Préparation des mélanges des huiles essentielles pour les bio-essais	37
II.2.5. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Eucalyptus citriodora</i> et <i>Satureja calamintha</i> , à l'égard des adventices, des phanérogames parasites et de blé dur (<i>Triticum durum</i>)	37
II.2.5.1. Désinfection des graines et des bulbes	37
II.2.5.2. Levée de la dormance de <i>Sinapis arvensis</i>	38
II.2.5.3. Levée de la dormance tégumentaire de <i>Cuscuta campestris</i>	38
II.2.5.4. Désinfection et pré-conditionnement des graines d' <i>Orobonche crenata</i>	38
II.2.5.5. Préparation du GR24, pour stimuler la germination d' <i>Orobonche crenata</i>	39
II.2.5.6. Bio-essais <i>in vitro</i>	39
II.2.5.6.1. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles sur la germination et la longueur des plantules et racines des adventices et tube germinatif des plantes parasites	39
II.2.5.7. Bio-essais <i>in vivo</i>	40
II.2.4.7.1. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles sur l'état sanitaire des plantes adventices et du blé dur	40
II.2.5.7.1.1. Estimation de la teneur en chlorophylle	41
II.2.5.7.1.2. Estimation de la conductivité membranaire	42
II.2.5.8. Bio-essai <i>in situ</i>	42
II.2.5.8.1. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles à l'égard des adventices de blé dur à la présence de la culture	42
II.2.6. Évaluation du pouvoir allélopathique négatif de la poudre de la partie aérienne de <i>Thymus fontanesii</i> et <i>Satureja calamintha</i> et les feuilles d' <i>Eucalyptus citriodora</i> à l'égard de l'émergence des adventices <i>in situ</i> (sol non cultivé)	45
II.2.6.1. Préparation de la poudre des plantes	45
II.2.6.2. Bio-essai	45
II.2.7. Statistiques	46
III. RÉSULTATS	47

III.1. PREMIERE PARTIE	47
III.1.1. Phénologie de <i>Sinapis arvensis</i> dans la culture de blé dur (<i>Triticum durum</i>)	47
III.1.2. Performance des plantes en caractères quantitatifs génétiques (étude I).....	47
III.1.2.1. Variation entre les types d'habitat	47
III.1.2.2. Variations entre les régions.....	49
III.1.2.3. Variation dans la population	51
III.1.3. Niveau de résistance de <i>Sinapis arvensis</i> à l'herbicide inhibiteur d'ALS (étude II)	52
III.2. DEUXIEME PARTIE	54
III.2.1. Détermination de la composition chimique des huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> par GC-FID et GC-MS	54
III.2.2. Bio-essais <i>in vitro</i>	54
III.2.1. Effet des trois huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> sur la germination et la longueur des plantules et racines des adventices et tube germinatif des plantes parasites.....	54
III.2.2.1.1. Germination.....	54
III.2.2.1.2. Longueur des plantules et racines des adventices et tube germinatif des plantes parasites	61
III.2.3. Bio-essais <i>in vivo</i>	70
III.2.3.1. Effet des trois huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> sur l'état sanitaire, le fonctionnement de l'appareil photosynthétique et l'intégrité de la membrane plasmique des plantes adventices et du blé dur (<i>Triticum durum</i>)	70
III.2.3.1.1. État sanitaire des plantes adventices et du blé dur	70
III.2.3.1.2. Fonctionnement de l'appareil photosynthétique	79
III.2.3.1.3. Intégrité de la membrane plasmique	79
III.2.4. Bio-essai <i>in situ</i>	82
III.2.4.1. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles et de poudre de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> à l'égard des adventices	82

III.2.4.1.1. Effet des trois huiles essentielles sur la densité (recouvrement) et la richesse floristique selon l'indice de diversité floristique (Shannon-Weaver) des adventices dans la culture de blé dur et le rendement et poids de mille graines de blé dur	82
III.2.4.1.2. Effet de la poudre des trois plantes sur l'émergence des adventices.....	84
IV. DISCUSSION	86
V. CONCLUSION, MESURES DE GESTION ET PERSPECTIVES	97
RÉFÉRENCES	100
ANNEXES	120
PUBLICATIONS, ATELIERS ET COMMUNICATIONS	131

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1. Superficies, productions et rendements de blé en Algérie durant la période 2012-2017 (FAO, 2017).	9
Tableau 2. Composants allélopathiques et leurs modes d'action sur les adventices des cultures.	19
Tableau 3. Herbicides à base des huiles essentielles utilisées en agriculture organique (Dayan & Duke, 2010).	24
Tableau 4. Échelle de BBCH décrivant les stades phénologiques des espèces mono- et dicotylédones (BBCH, 2001).	28
Tableau 5. Echelle EWRS pour les évaluations visuelles de la phytotoxicité (modifié après Linke, 2001).	32
Tableau 6. Conditions de germination des adventices et des plantes parasites étudiées.	40
Tableau 7. Échelle de phytotoxicité utilisée pour les évaluations visuelles de la phytotoxicité.	41
Tableau 8. Échelle mixte d'abondance-dominance de Braun-Blanquet (Van Der Maarel, 1979).	44
Tableau 9. Estimation de la variation des traits génétiques quantitatifs entre les deux types d'habitat (Q_{ST} - Hab), et entre les régions au sein des types d'habitat (Q_{ST} - Reg) pour chaque trait phénotypique et phénologique mesuré. Les composantes de variance des modèles hiérarchiques calculés sont indiquées : V_t (variation totale observée), V_{Hab} (variance entre les types d'habitat), V_{Reg} (variance entre les régions au sein des types d'habitat), V_{MP} (quadruple de la variance entre les plantes mères au sein des régions au sein des types d'habitat), V_{res} (variance résiduelle). Les valeurs significatives (valeur $P < 0.001$) dans les colonnes Q_{ST} - Hab et Q_{ST} - Reg sont indiquées en gras (voir l'Annexe 3 pour les résultats des modèles).	48
Tableau 10. Composition chimique des huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i>	55
Tableau 11. Effet des huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> sur le taux d'inhibition de germination des espèces adventices.	59
Tableau 12. Effet des huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> sur la longueur des racines des plantes adventices et du tube germinatif de <i>Cuscuta campestris</i> (cm) et de <i>Orobanche crenata</i> (μm).	68

Tableau 13. Effet des huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> sur la longueur des plantules (cm) des adventices.....	69
Tableau 14. Effet des huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> sur le recouvrement (%) et la richesse floristiques des adventice et le rendement (g) et le poids de mille graines (g) de blé dur (2016-2017).....	83
Tableau 15. Effet d’huiles essentielles de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> sur le recouvrement (%) et la richesse floristiques des adventice et le rendement (g) et le poids de mille graines (g) de blé dur (2017-2018).....	84
Tableau 16. Effet des différentes doses de la poudre de <i>Thymus fontanesii</i> , <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et <i>Eucalyptus citriodora</i> enfouie dans le sol sur le nombre total d’adventices par micro-parcelle et leurs poids sec (g).	85

LISTE DES FIGURES

- Figure 1.** Champs de blé fortement infestés par l'espèce adventice *Sinapis arvensis* observés lors des prospections en 2016. A. Nord de Chlef (Ténès), B. Ain Defla (Khemis Miliana), C. Bouira (Aïn Bessem), D. Sétif (Ain Arnat)..... 11
- Figure 2.** A) Emplacements géographiques des huit régions du Nord d'Algérie, dans lesquels des graines de *Sinapis arvensis* ont été collectées dans deux habitats (champ de blé et site adjacent non cultivé, C et N, respectivement). Les détails des populations sont donnés dans l'Annexe 1, et B) Analyse en composantes principales (PCA) caractérisant les conditions climatiques des huit régions étudiées (couleurs des régions identiques à la carte A avec les 16 populations [l'habitat C (points) et l'habitat N (triangle)] dans le nord de l'Algérie. Sept variables bioclimatiques ont été utilisées dans le PCA (bio1 = température moyenne annuelle, bio2 = plage diurne moyenne, bio5 = température maximale du mois le plus chaud, bio7 = plage de température annuelle, bio12 = précipitations annuelles, bio15 = saisonnalité des précipitations, bio18 = précipitations de le quartier le plus chaud)..... 29
- Figure 3.** Plantules de *Sinapis arvensis* au stade 4-6 feuilles sous conditions contrôlés prêtes pour la réalisation de l'étude I et II. 30
- Figure 4.** Vue de dispositif expérimental de bio-essai *in situ*. 44
- Figure 5.** Traitement de blé dur au stade tallage avec les trois concentrations des huiles essentielles de *T. fontanesii*, *S. calamintha* et *E. citriodora*, les deux herbicides Mustang® 360 SE et ACOPIK 240 EC (témoin positif) et l'EDS et EDS contient 0,02% de Tween-20 (témoins négatifs)..... 45
- Figure 6.** Présentation graphique des stades phénologiques de *Sinapis arvensis* et *Triticum durum* noté chaque semaine d'après l'échelle de BBCH. *** : valeur de $P < 0.001$ 47
- Figure 7.** Différenciation en poids sec entre les populations de champ de blé (C) et le site adjacent non cultivé (N). ***: valeur de $P < 0.001$ (voir Annexe 3 pour les résultats du modèle). Les barres d'erreur correspondent aux moyennes des erreurs standards. 48
- Figure 8.** Divergence des caractères phénotypiques et phénologiques des populations de *Sinapis arvensis* pour les populations C (points; lignes pointillées) et N (triangles; lignes pleines), le long des gradients de température et de précipitations (PC1). Seules les corrélations significatives entre PC1 et les caractères sont données (voir le Annexe 4 pour les résultats des tests de corrélation pour PC1 et PC2; aucune corrélation significative n'a

été trouvée avec PC2), ***: valeur $p < 0,001$, **: valeur $p < 0,01$, *: Valeur $p < 0,05$, ns: non significatif). Les couleurs correspondent aux huit régions illustrées dans la figure 2.

..... 50

Figure 9. Relation entre les estimations de l'héritabilité moyenne par rapport aux caractères quantitatifs dans les populations d'habitat C et d'habitat N. La ligne continue correspond à l'égalité des valeurs d'héritabilité entre les populations des deux types d'habitats ($y = x$). Les barres d'erreur correspondent aux moyennes de l'erreur standard.

..... 51

Figure 10. A) Symptômes de phytotoxicité des deux herbicides sur les populations de *Sinapis arvensis* provenant d'habitats C et N, 2, 4 et 6 semaines après le traitement. Les nombres de 1 à 8 indiquent les classes de phytotoxicité selon l'échelle EWRS (Tableau 3), B) Effet des deux herbicides sur le poids sec (g), 6 semaines après la pulvérisation. *: Valeur $P < 0,05$, ***: valeur $P < 0,001$ (voir Annexe 6 pour les résultats des modèles)... 53

Figure 11. Structure chimique des composants majoritaires de chaque huile essentielle. A : carvacrol et B : thymol (*T. fontanesii*), C : 1.8-cineole (*S. calamintha*) et D : citronellal (*E. citriodora*)..... 56

Figure 12. Pourcentage des familles de molécules dans l'huile essentielle de *T. fontanesii*..... 57

Figure 13. Pourcentage des familles de molécules dans l'huile essentielle de *S. calamintha*..... 57

Figure 14. Pourcentage des familles de molécules dans l'huile essentielle de *E. citriodora*..... 57

Figure 15. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Sinapis arvensis*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20..... 60

Figure 16. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Avena fatua*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20..... 61

Figure 17. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Sonchus oleraceus*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20..... 62

Figure 18. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur la germination des graines de <i>Xanthium strumarium</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.	63
Figure 19. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur la germination des graines de <i>Cyperus rotundus</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.	64
Figure 20. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur la germination des graines de <i>Orobancha crenata</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.	65
Figure 21. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur la germination des graines de <i>Cuscuta campestris</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.	66
Figure 22. Phytotoxicité (%) des huiles essentielles de <i>T. fontanesii</i> , <i>S. calamintha</i> et <i>E. citriodora</i> sur les adventices des cultures (A: <i>S. arvensis</i> , B: <i>A. fatua</i> , C: <i>S. oleraceus</i> , D: <i>X. strumarium</i> et E: <i>C. rotundus</i>) et le blé dur (F: <i>T. durum</i>) 1 et 6 jours après le traitement (JAT). Les données analysées par des modèles de régression linéaire et R ² représentent le coefficient de corrélation. Les barres d'erreur correspondent à l'erreur standard.	71
Figure 23. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur l'état sanitaire de <i>Sinapis arvensis</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.	73
Figure 24. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur l'état sanitaire de <i>Avena fatua</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.	74
Figure 25. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur l'état sanitaire de <i>Sonchus oleraceus</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.	75

Figure 26. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur l'état sanitaire de <i>Xanthium strumarium</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.....	76
Figure 27. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur l'état sanitaire de <i>Cyperus rotundus</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.	77
Figure 28. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> et C : <i>Eucalyptus citriodora</i>) sur l'état sanitaire de <i>Triticum durum</i> . Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.	78
Figure 29. Effet des trois huiles essentielles sur la teneur en chlorophylle totale ($\mu\text{g} / \text{g}$ poids sec) des adventices étudiées et de blé dur. A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> , C : <i>Eucalyptus citriodora</i> , Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS), Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20. Les barres d'erreur correspondent à l'erreur standard.	80
Figure 30. Effet des trois huiles essentielles sur la perte d'électrolyte relative (%) des adventices étudiées et de blé dur. A : <i>Thymus fontanesii</i> , B : <i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i> , C : <i>Eucalyptus citriodora</i> , Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS), Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20. Les barres d'erreur correspondent à l'erreur standard.	81

LISTE D'ABRÉVIATION

% : Pourcentage

°C : Degré Celsius

µm : Micromètre

ADE : Ain Defla

ALS : Acétolactate synthase

BOI : Bouira

BOM : Boumerdes

C : Habitat champ de blé

CHN : Chlef Nord

CHS : Chlef Sud

EDS : Eau distillée stérile

eV : électron-volt

FAO : Food and Agriculture Organisation

FID : Détection par ionisation de flamme

GA3 : Acide gibbérellique 3

GC-FID : Chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme

GC-MS : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

GLMM : modèles linéaires généralisés à effets mixtes

GR24 : un analogue de strigolactone

h : Heure

ha : Hectare

HE : Huile essentielle

HEs : Huiles essentielles

HP : Hewlett- Packard

klx : Kilolux

LMM : modèles linéaires à effets mixtes

m : Mètre

mm : Millimètre

MOS : Mostaganem

N : Site adjacent non cultivé

NPK : Azote, Phosphore, Potassium

NMR : Résonance magnétique nucléaire

Ø : Diamètre

PM : Poids de mille graines

q : Quintaux

REL : Perte d'électrolyte relative

REL : Relizane

RGR : Taux de croissance relatif

s : Seconde

SET : Sétif

SPME : Microextraction en phase solide

t : Tonne

Tw : Tween 20

W : Watt

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Dans le scénario actuel d'augmentation rapide de la population humaine (Tschardt et al., 2012), parvenir à une utilisation efficace et productive des terres agricoles tout en conservant la biodiversité et le fonctionnement naturel des écosystèmes est un défi mondial (Bhadoria, 2011 ; Struik & Kuyper, 2017). Le besoin de gestion des adventices est aussi vieux que l'agriculture elle-même (Jurado et al., 2011). Les différentes pratiques culturales leur ont permis d'évoluer en s'adaptant et en occupant les places disponibles dans les agro-écosystèmes (Lakara et al., 2019). Il est largement connu que les pertes causées par les adventices des cultures (45%) dépassent les pertes de toute catégorie de bio-agresseurs agricoles, tels que les insectes (30%), les maladies (20%), les nématodes et les rongeurs (5%) (Rao, 2000).

Certainement, l'utilisation des herbicides apporte des solutions aux agriculteurs et est considérée jusqu'à présent comme une véritable innovation en agriculture (Kraehmer et al., 2014a) mais malheureusement, cela également entraîne le développement des biotypes résistants de nombreuses espèces adventices dans le monde, ainsi que leurs effets toxicologiques sur l'environnement et la santé humaine (Jurado et al., 2011). Par conséquent, trouver de nouvelles stratégies de contrôle basées sur des programmes de gestion corrects et sûrs devient une nécessité. C'est dans ce contexte, et pour proposer des mesures de gestion plus efficace que la présente étude porte sur deux parties.

Partie I : Diversité génétique de *Sinapis arvensis*

Certaines espèces natives peuvent constituer de vastes populations, en particulier lorsqu'elles sont provoquées par des perturbations anthropiques telles que les activités agricoles dans les champs cultivés ou les travaux dans les sites rudéraux (Pivello et al., 2018). L'adaptation des espèces adventices à de tels types d'habitats peut être due à la différenciation génétique ou à la plasticité phénotypique (Leiss & Müller-Schärer, 2001). L'impact des adventices dans les systèmes actuels vont probablement s'aggraver plutôt que s'améliorer, en raison de l'intensification des échanges à longue distance, du changement climatique, de la résistance aux herbicides et d'autres facteurs, rendant de plus en plus urgente l'amélioration de la gestion de la flore nuisible (Neve et al., 2018). Connaître la variabilité génétique des populations des adventices des cultures à travers des marqueurs moléculaires et des études de la génétique quantitative à partir des traits phénotypiques peuvent donc fournir des informations utiles pour la prise de décision en matière de gestion. Selon Leiss & Müller-

Schärer (2001), peu est connu sur les différences génétiques possibles entre les adventices trouvées dans les champs agricoles et les espèces semblables observées naturellement dans les habitats semi-naturels et naturels adjacents. À cet égard, il est important de savoir si les adventices des cultures proviennent principalement d'habitats adjacents, ou plutôt des autres champs cultivés, par le biais de machines ou de contaminants des semences.

Dans les champs agricoles, les adventices peuvent adaptées aux perturbations et investir relativement plus dans la reproduction via une fructification améliorée ou à la croissance clonale à partir de fragments (Adahl et al., 2006 ; Bommarco et al., 2010). De plus, il a été rapporté que les adventices des cultures arables présentent une plasticité accrue et des schémas d'émergence modifiés (Bommarco et al., 2010). Par conséquent, outre la diversité génétique, les traits phénotypiques des plantes adventices sont influencés par les perturbations anthropiques, les conditions biotiques et abiotiques (Steinger et al., 2002) et les gradients climatiques (Stock et al., 2014). Le « syndrome des adventices des cultures » qui en résulte de cette perturbation comprend la croissance rapide, l'efficacité élevée de l'utilisation des nutriments, la dormance des semences, la dispersion active, la mimétique des cultures et la résistance aux herbicides (Vigueira et al., 2013). La pression de sélection sur les populations des adventices est également causée par d'autres facteurs que les herbicides tels que les cultures intensives, le genre de culture (flux de gènes), la fertilisation des sols et les périodes de végétation, de croissance et de récolte (Darmency, 2019). La différenciation des populations causée par une sélection divergente sur les traits phénotypiques peut être analysée par une approche génétique quantitative (Steinger et al., 2002) qui permet de démêler les effets génétiques des effets environnementaux sur les phénotypes (Wilson & Poissant, 2016). Il existe des conditions préalables à la divergence génétique pour les espèces adventices occupant différents types d'habitats dans le même site (Bommarco et al., 2010), car la variabilité évolutive entre les populations au sein d'une espèce peut se produire sur une très courte distance (Ueno et al., 2015) comme au sein de la même région (Durka et al., 2017). Autrement, Steinger et al. (2002) ont montré un flux de gènes très restreint parmi les populations de *Senecio vulgaris* L., utilisant à la fois des approches moléculaires et des approches de génétique quantitative, ce qui était surprenant sachant que l'espèce possède de petites graines avec un gros pappus pouvant éventuellement se disperser par le vent sur de grandes distances. Cette découverte indique que la sélection directionnelle divergente joue un rôle important dans la différenciation phénotypique des populations pour ces caractères. D'autre part, les types d'habitats peuvent jouer un rôle important dans la différenciation des

traits phénotypiques des espèces. Par exemple, Bommarco et al. (2010) ont constaté que les performances de croissance des populations maritimes de *Cirsium arvense* L. étaient supérieures à celles des populations agricoles, tandis que dans une autre étude, les plantes de *S. vulgaris* provenant d'habitats agricoles possèdent des feuilles plus grandes, un plus grand nombre de capitules et une biomasse reproductive supérieure par rapport aux plantes des habitats rudéraux (Leiss & Müller-Schärer, 2001). Par conséquent, la ressemblance phénotypique existante entre deux types d'habitats différents (habitat agricole et rudéral) suggère que les populations rudérales ont la capacité d'envahir les agroécosystèmes (Hermanutz & Weaver, 1996).

La lutte chimique contre les adventices des cultures a débuté il y a plus d'un siècle avec des composés inorganiques et est passée à l'âge des herbicides organiques (Kraehmer et al., 2014a). Depuis 2000, les herbicides inhibiteurs de l'acétolactate synthase (ALS) apportent des solutions aux agriculteurs et sont considérés jusqu'à présent comme de véritables innovations en agriculture (Kraehmer et al., 2014b). Cependant, de nombreux cas de résistance aux herbicides inhibiteurs de l'ALS ont été rapportés chez des espèces d'adventices (Tranel & Wright, 2002; Yu et al., 2008; Hatami et al., 2016; Deng et al., 2017), principalement par des mutations génétiques sur le site cible de l'ALS (Deng et al., 2017).

Les mélanges d'herbicides inhibiteurs de l'ALS avec des herbicides de type auxine (par exemple, florasulam + 2,4-D) sont actuellement utilisés pour contrer le développement de la résistance aux inhibiteurs de l'ALS (Ntoanidou et al., 2017). Cependant, selon Damalas & Eleftherohorinos (2001) et Damalas et al. (2012), certains mélanges d'herbicides inhibiteur d'auxine-ALS se sont avérés offrir moins d'efficacité contre les biotypes résistants par rapport à un herbicide à un seul mode d'action. Les mutations de résistance généralement présente une valeur adaptative (un coût d'adaptation), par rapport aux biotypes sensibles (Vila-Aiub, 2009), où la divergence des traits phénotypiques entre les biotypes résistants et sensibles est possible. Par exemple, Bingham et al. (2017) ont trouvé des coûts d'adaptation dans la production de pollen et le développement global des plantes de *Brassica rapa* L. résistant à l'atrazine par rapport aux populations sensibles à l'atrazine. Les biotypes résistants de *Sinapis arvensis* à certains herbicides auxiniques ont montré une réduction significative de la taille des plantes, de la surface foliaire et de la longueur des racines par rapport aux biotypes sensibles (Hall & Romano, 1995).

Sekator® OD et Mustang®360 SE sont les herbicides les plus utilisés pour la gestion d'adventices dans les cultures céréalières en Algérie, depuis 2014 et 2011, respectivement. Dans les champs agricoles sélectionnés pour cette étude, ils peuvent être utilisés sans recommandations gouvernementales particulières, telles que le nombre de pulvérisations par an et la rotation des herbicides (Institut Technique des Grandes Cultures, Algérie, communication personnelle), ce qui devrait favoriser le développement des biotypes résistants. Une résistance des adventices à ces deux herbicides a déjà été signalée dans les pays méditerranéens (Altop et al., 2017; Papapanagiotou et al., 2019). Selon cette littérature récente et connaissant la gestion chimique irrégulière des adventices en Algérie, la résistance de *S. arvensis* à l'herbicide inhibiteur d'ALS existe probablement déjà.

Objectifs de la première partie

La présente étude, vise à évaluer le degré de la différenciation des populations de la plante adventice *S. arvensis* par l'étude de la phénologie, les traits phénotypiques et la résistance à l'herbicide couramment appliqués dans les champs de blé dur en Algérie (Sekator® OD) ainsi que la vérification de l'efficacité du contrôle du mélange formulé herbicide inhibiteur de l'ALS + herbicide de type auxine (Mustang®360 SE). Pour cela, 16 populations ont été échantillonnées dans huit régions le long d'un gradient longitudinal dans le Nord de l'Algérie et dans celles-ci, les graines des différentes populations ont été collectées dans deux habitats différents : un champ de blé (C) et un site adjacent non cultivé (N). Plus précisément, l'étude vise à répondre aux questions suivantes :

-Les performances des plantes en termes de caractères génétiques quantitatifs de *S. arvensis* diffèrent-elles entre les huit régions et entre les deux types d'habitats (C et N)? Dans l'affirmative, l'effet de région peut-il s'expliquer par les conditions climatiques ?

-L'héritabilité (au sein de la variation de la population) diffère-t-elle entre les populations des deux habitats ?

- Trouvons-nous des plantes résistantes à l'herbicide inhibiteur de l'ALS (Sekator® OD) et si oui, le mélange herbicide inhibiteur de la ALS + herbicide de type auxine (Mustang®360 SE) est-il efficace contre les biotypes résistants ? Et les deux herbicides diffèrent-ils par la rapidité et le niveau des symptômes de phytotoxicité chez les plantes sensibles?

Sachant que les adventices dans les champs agricoles sont probablement plus adaptées aux perturbations, nous avons émis l'hypothèse que ces plantes présentent une meilleure aptitude aux traits phénotypiques et phénologiques par rapport à celles des habitats naturels ou semi-naturels adjacents. De plus, comme les populations C sont exposées à une forte pression sélective, elles devraient afficher une faible variation génétique inter- et intra-population par rapport aux populations de l'habitat N. Ce schéma peut cependant varier selon la région car les populations ont été collectées le long d'un gradient longitudinal et peuvent donc être génétiquement différenciées. De plus, étant donné que les populations C dans les champs agricoles subissent les herbicides ALS depuis plusieurs générations, nous avons émis l'hypothèse que ces populations sont plus résistantes mais présentent une moindre aptitude que les populations N. Les résultats seront ensuite utilisés pour proposer des mesures pour une gestion plus efficace de *S. arvensis* dans la céréaliculture en Algérie. Tandis que, le but de la deuxième partie vise principalement la recherche des alternatives naturelles des herbicides.

Partie II : Les moyens de lutte

La composition des communautés adventices est influencée principalement par l'intensification des pratiques culturales depuis le début de 20^{ème} siècle (Schumacher et al., 2018). L'utilisation d'herbicides a considérablement augmenté dans le monde entier au cours des six dernières décennies (Gianessi, 2013). Les herbicides représentent environ 60% du total des pesticides utilisés dans le monde (Duke & Dayan, 2018). L'épandage des herbicides synthétiques a des effets toxicologiques sur l'environnement et la santé humaine (Jurado et al., 2011 ; Blázquez, 2014). Selon l'immense base de données sur la littérature mondiale, les herbicides sont les polluants chimiques les plus fréquemment détectés dans l'eau (Galhano et al., 2011) et son utilisation en plus de leur effet écotoxicologique pourrait induire l'émergence de populations d'adventices résistantes (Vencill et al., 2012 ; 2011 ; Beckie & Tardif, 2012 ; Blázquez, 2014). À ce jour, il y a eu 211 espèces et 393 biotypes d'adventices résistantes aux herbicides (Soltys et al., 2013). En outre, ces derniers peuvent non seulement affecter les plantes cibles mais aussi les microorganismes du sol (Zaller & Brühl, 2019), les amphibiens (Baier et al., 2016), les invertébrés et les poissons (capacités de s'échapper du milieu terrestre) (Fairchild, 2011) et la santé humaines et animale (Cai & Gu, 2016).

À cause de leur effet négatif sur l'environnement et la santé humaine, des sources biologiques ou leurs produits naturels alternatifs doivent être développés et utilisés pour

produire une nouvelle catégorie d'herbicides écologiques. L'intégration de la technologie « bioherbicide » dans les systèmes actuels de gestion d'adventices peut aider à gérer la résistance aux herbicides, réduire les coûts de production et augmenter les rendements agricoles (Cai & Gu, 2016 ; Saini & Singh, 2018). La lutte biologique a été développée pour la gestion des adventices en utilisant soit des organismes vivants, tels que des insectes, des nématodes, des bactéries ou des champignons, soit des produits naturels et des extraits des plantes tels que les huiles essentielles et les métabolites secondaires (Cai & Gu, 2016).

En plus de grand succès des phytopathogènes utilisé dans la lutte contre les adventices (Bo Bo et al., 2020), réduire l'utilisation d'herbicides synthétiques par des produits naturels tels que les huiles essentielles, les extraits de plantes, les composés allélochimiques, les sous-produits agricoles suscite de plus en plus l'attention en raison de leur courte vie dans l'environnement et de leur faible toxicité (Cai & Gu, 2016 ; Saini & Singh, 2018). Les bioherbicides provenant des sources naturelles ont montré un grand potentiel herbicide dans les systèmes de production biologique parmi eux les extraits des plantes à effet allélopathique (Cai & Gu, 2016).

Les huiles essentielles sont des produits végétaux naturels très intéressants et possèdent, entre autres qualités, diverses propriétés biologiques (Başer & Buchbauer, 2010). Diverses huiles essentielles végétales présentent un large spectre d'activité contre les insectes nuisibles et les champignons phytopathogènes allant des activités insecticides, anti-appétantes, répulsives, dissuasives contre la ponte, régulatrices de la croissance et antivirales (Koul et al, 2008).

Les plantes aromatiques sont connues par leur richesse en huile essentielle. Davantage, de nombreuses recherches démontrent que les huiles essentielles possèdent des effets allélopathiques négatives qui peuvent être utilisés pour la gestion des adventices (Tworkoski, 2002 ; Saharkhiz et al., 2009 ; Uremis et al., 2009 ; Mutlu et al., 2011 ; Dmitrovic et al., 2015).

Lamiaceae, *Myrtaceae*, *Asteraceae* et *Anacardiaceae* sont les familles de plantes les plus citées avec des huiles essentielles prometteuses utilisées comme herbicides (Abd El Azim & Balah, 2016). L'activité herbicide des huiles essentielles des espèces de la famille *Lamiaceae* et *Myrtaceae* a déjà été évaluée sur de nombreuses espèces adventices. Les genres *Thymus*, *Satureja* et *Eucalyptus* ont été fortement étudié en termes d'analyses chimiques et potentiel bioherbicide de leurs huiles essentielles (Tworkoski, 2002 ; Batish et al., 2004 ;

Setia et al., 2007 ; Uremis *et al.*, 2009; Ben Ghnaya *et al.*, 2013 ; Abd El Azim & Balah, 2016; Hazrati et al., 2017).

Objectifs de la deuxième partie

Notre travail s'inscrit dans le cadre de l'évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles et de la poudre de parties aériennes des trois plantes aromatiques : *Thymus fontanesii* Boiss. et Reut. (Lamiaceae), *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* Briq. (L.) (Lamiaceae) et *Eucalyptus citriodora* Hook. (Myrtaceae) et vise les objectifs spécifiques suivants :

- Extraction, calcul du rendement et étude de la composition chimique des trois huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme et chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

- Estimation de l'activité herbicide des trois huiles par des essais *in vitro* sur la germination des graines de 7 adventices redoutables en Algérie, à savoir *Sinapis arvensis* L., *Avena fatua* L., *Sonchus oleraceus* L., *Xanthium strumarium* L., *Cyperus rotundus* L., *Orobanche crenata* Forsk. et *Cuscuta campestris* Yuncker. En utilisant 3 concentrations en ordre croissant.

- Estimation de l'activité herbicide des trois huiles par des essais *in vivo* (sous conditions de serre) par l'étude de leurs effet sur les paramètres physiologiques des plantules d'adventices mentionnées en-dessus au stade 3-4 feuilles à l'exception de *Orobanche crenata* Forsk. et *Cuscuta campestris* Yuncker et évaluation de la phytotoxicité des mêmes huiles vis à vis du blé dur au stade tallage, en utilisant 3 concentrations en ordre croissant.

- Estimation de l'activité herbicide des trois huiles *in situ* par pulvérisation des mélanges huileux sur les adventices en présence d'une culture stratégique en Algérie (blé dur) au stade tallage de la culture dans la station expérimentale de l'ENSA en utilisant 3 concentrations en ordre croissant et deux herbicides chimiques anti-dicotylédones et anti-monocotylédones: Mustang® 360 SE et ACOPIK 240 EC, respectivement (témoin positif).

- Estimation de l'effet allélopathique de la partie aérienne de *T. fontanesii* et *S. calamintha* subsp. *nepeta* et les feuilles de *E. citriodora* sur l'émergence des adventices dans la station expérimentale de l'ENSA par l'enfouissement de leurs poudre en utilisant 3 doses en ordre croissant.

**SYNTHÈSE
BIBLIOGRAPHIQUE**

I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. PREMIÈRE PARTIE

I.1.1. Culture du blé

Le blé (*Triticum* spp.) est une *Poaceae* cultivé dans diverses zones climatiques, allant des environnements chauds et secs à des environnements frais et humides (Giraldo et al., 2016).

I.1.1.1. Importance de la culture du blé

Le blé est parmi les cultures les plus importantes au niveau mondial et son utilisation remonte à l'origine de l'agriculture (Kabbaj et al., 2017).

I.1.1.1.1. Importance de la culture du blé dans le monde

Sa superficie totale est estimée à 17 millions d'hectares et les zones de cultures les plus importantes sont situées dans le bassin méditerranéen, en Amérique du Nord et en Asie du Sud-Ouest (Maccaferri et al., 2014). Le blé est une culture économiquement importante en raison de ses caractéristiques rhéologiques uniques et des variétés de produits finaux industriels pouvant en être dérivés (Gonzalez-Segura et al., 2014). Celles-ci comprennent principalement les pâtes alimentaires, le couscous et le bourghul mais aussi plusieurs plats de la tradition comme le 'frike', le gofio et plusieurs types de pains. Les principaux pays producteurs de blé en Afrique : Egypte (34%), Maroc (25%), Algérie (13%), Afrique du Sud (8%) et Tunisie (8%) (Thill & Lemerle, 2001).

I.1.1.1.2. Importance de la culture du blé en Algérie

En Algérie, le blé et ses dérivés constituent l'épine dorsale du système alimentaire algérien (Djermoun, 2009). En 2018, 3.15 millions de tonnes de blé dur et 0.79 million de tonnes de blé tendre ont été récoltées. Environ 3,4 millions d'hectares ont été ensemencés dans la même année, comparé aux 3,5 millions d'hectares ensemencés lors de la campagne précédente (FAO, 2018). Malgré sa grande importance en Algérie, cette culture a connu des diminutions importantes au cours de la dernière décennie du point de vue rendement et production et cela en dépit de l'élargissement des superficies cultivées (**Tableau 1**). La baisse des rendements du blé en Algérie est certainement due aux plusieurs et aux différentes contraintes biotiques et abiotiques.

Tableau 1. Superficies, productions et rendements de blé en Algérie durant la période 2012-2017 (FAO, 2017).

Année	Superficie (ha)	Production (t)	Rendement (q/ha)
2012	1945776	3432231	17639
2013	1727242	3299049	19100
2014	1651311	2436197	14753
2015	1814722	2656731	14640
2016	2062179	2440097	11833
2017	2118390	2436503	11502

I.1.1.2. Facteurs biotiques et abiotiques diminuant le rendement de la culture du blé

Pour répondre à la demande mondiale de blé en 2050 une augmentation de 3,3 t ha⁻¹ substantielle du rendement de blé est nécessaire (FAO, 2017). Par ailleurs, la production de blé est limitée par l'apparition de nouvelles maladies et de nouveaux ravageurs, ainsi que par des facteurs abiotiques tels que les températures élevées et les sécheresses, qui sont tous une conséquence du changement climatique et ont un impact négatif sur le rendement (Crespo-Herrera et al., 2017). Les changements climatiques du bassin méditerranéen qui a connu une augmentation remarquable de température et de sécheresse cette décennie, ont affecté fortement le rendement de blé en Algérie (Chourghal et al., 2015). Bien que les facteurs abiotiques causent des diminutions remarquables dans les productions, les contraintes biotiques sont considérées comme les principaux facteurs affaiblissant le rendement (Fahad et al., 2015 ; Singh et al., 2016). Les agents biotiques considérés comme contrainte pour un bon rendement sont divers ; les ravageurs (insectes, oiseaux et rongeurs), les adventices et les pathogènes (champignons, nématodes, bactéries et virus) (Hamadache, 2013).

En Algérie, Les principaux agents d'ordre biotique responsable de diminution de rendement de blé sont : les adventices monocotylédones [*Lolium multiflorum* Lam., *Avena fatua* L., *Phalaris minor* Retz. (Carter, 1975 ; Benniou et al., 2016), *Cyperus rotundus* L., *Cynodon dactylon* L. et *Bromus madritensis* L. (Carter, 1975 ; Kazi Tani et al., 2010)]. Les dicotylédones [*Sinapis arvensis* L., *Raphanus raphanistrum* L., *Malva sylvestris* L., *Papaver rhoeas* L. (Carter, 1975 ; Kazi Tani et al., 2010 ; Benniou et al., 2016), *Sinapis alba* L., *Convolvulus arvensis* L. (Kazi Tani et al., 2010)] viennent en seconde position. Enfin, nous relevons les maladies. Les maladies fongiques telles que la fusariose (*Fusarium culmorum* Wm.G. Sm) (Yekkour et al., 2015 ; Laraba et al., 2017), la rouille jaune (*Puccinia striiformis* Westend.), la rouille brune (*P. recondita* Roberge ex Desm.), la tache septorienne

(*Zymoseptoria tritici* (Roberge ex Desm.) Quaedvl. & Crous), la tache auréolée (*Pyrenophora tritici-repentis* (Died.) Drechsler) (Benslimane et al., 2011 ; Yekkour et al., 2015). Les maladies bactériennes et virales telles que *Xanthomonas translucens* (khenfous-Djebari et al., 2019) et le virus de la mosaïque des striures du blé (WSMV, genre Tritimovirus) (Makkouk et al., 2004), respectivement.

I.1.2. Adventices des cultures

Dans les champs cultivés, les adventices sont en concurrence avec les cultures pour la plupart des ressources abiotiques telles que les nutriments, la lumière et l'eau. Leur présence entraîne une baisse importante du rendement et de la qualité des cultures (Vollmann et al., 2010 ; Byrne et al., 2018).

La flore nuisible dans les zones de cultures céréalières en Algérie entraîne des pertes substantielles de la production céréalière et une augmentation des coûts de production grâce à une pulvérisation extensive d'herbicides. Au cours de l'année de chaume, les pâturages aident à l'envahissement des adventices. À titre d'exemple l'adventice *Sinapis arvensis* L. produit des graines dans ces conditions lesquelles deviennent gênantes pour la culture céréalière suivante (Carter, 1975).

I.1.2.1. *Sinapis arvensis* L.

Sinapis arvensis est connu sous le nom commun « moutarde des champs, sanve ou sénéve », et le nom berbère « khardal ou chenaf » (Quezel & Santa, 1962 ; I.T.G.C., 1976) est une plante dicotylédonaire d'origine méditerranéenne mais largement répandue dans de nombreuses autres régions dans le monde (Pratap & Gupta, 2009).

I.1.2.1.1. Position taxonomique

L'espèce appartient à l'ordre des *Capparales*, classe des *Magnoliopsida* et c'est une annuelle appartient à la famille *Brassicaceae* (Luzuriaga et al., 2006). Cette famille comprend de nombreuses espèces adventices importantes qui infestent les cultures horticoles et les grandes cultures, où elles réduisent le rendement des cultures et interfèrent avec la récolte et la contamination (Long et al., 2011). La famille des *Brassicaceae* est connue par plus de 120 espèces adventices redoutable dans le monde deux espèces cosmopolites (*S. arvensis* et *Thlaspi arvense* L.) (Warwick, 2011). Le genre *Sinapis* comprend 7 espèces autochtones à la région méditerranéenne (Warwick, 2010).

I.1.2.1.2. Distribution géographique

I.1.2.1.2.1. Dans le monde

L'adventice est indigène dans la plupart des régions tempérées du monde : en Europe (sauf en Scandinavie septentrionale), en Islande, en Sibérie, en Asie mineure, en Asie du Sud-Ouest jusqu'à l'Himalaya, en Afrique du Nord (à l'exclusion du Sahara), en Madère et aux îles Canaries (Fogg, 1950 ; Luzuriaga et al., 2006).

I.1.2.1.2.2. En Algérie

Selon Quezel & Santa (1962) la plante est assez commune dans le Tell et rare ailleurs. Mais en augmentation au niveau des surfaces agricoles. L'espèce est devenue très répandue dans les cultures des plaines littorales et du tell (I.T.G.C., 1976 ; **Figure 1A, 1B, 1C et 1D**). Une étude récente a révélé la présence de cette dernière au partie Nord-Est du Sahara (Ouargla) dans les champs des céréales (Eddoud et al., 2018).



Figure 1. Champs de blé fortement infestés par l'espèce adventice *Sinapis arvensis* observés lors des prospections en 2016. A. Nord de Chlef (Ténès), B. Ain Defla (Khemis Miliana), C. Bouira (Ain Bessem), D. Sétif (Ain Arnat).

I.1.2.1.3. Etude morphologique

La moutarde des champs est confondue avec certain nombre de moutardes annuelles à fleurs jaunes : *Sinapis alba* L. (moutarde blanche), *Brassica nigra* (L.) Koch (moutarde noire), *Brassica juncea* (L.) Czern. (Moutarde indienne), *Brassica campestris* L. (colza) et *Brassica napus* L. (colza suédois cultivé). *Sinapis arvensis* diffère de toutes ces moutardes en

ayant une graine dans le bec de la silique en plus de celles présentes dans les valves. *Sinapis arvensis* et *S. alba* ont des poils raides dirigés vers le bas sur les tiges. Cependant, le bec de moutarde blanche est aplati et sans graine, alors que celui de *S. arvensis* n'est pas aplati et contient une seule graine (Mulligan & Bailey, 1975).

Selon Luzuriaga et al. (2006), la taille d'une plante adulte varie de quelques centimètres à environ 80 cm de hauteur, en fonction des conditions environnementales. En outre, la taille de la plante pouvait dépasser les 80 cm et atteindre les 100 cm (Mulligan & Bailey, 1975) et 250 cm (Siyahpoosh et al., 2012) selon les conditions environnementales.

L'intensité de la floraison varie de quelques fleurs (trois à quatre) à plusieurs centaines de fleurs par individu (400 à 500) (Fogg, 1950).

I.1.2.1.4. Physiologie de la croissance et du développement

L'adventice contient 79 800 stomates par plante tandis que le blé contient 40 300, l'orge 64 300, l'avoine 43 300 et le seigle 63 700 (Mulligan & Bailey, 1975). Pavlychenko & Harrington (1934) suggèrent que le nombre élevé de stomates sur les jeunes pousses facilite les activités physiologiques et que *S. arvensis* et les céréales sont les mieux adaptés pour concurrencer les autres adventices aux premiers stades de leur croissance.

I.1.2.1.5. Écologie

La moutarde des champs est une annuelle qui se tue facilement par le gel et se développe principalement dans les habitats à forte intensité lumineuse (Mulligan & Bailey, 1975). Cette espèce pousse dans des environnements imprévisibles tels que de vieux champs abandonnés et dans des habitats perturbés et nitrifiés (Fogg, 1950). Selon Berrows & Tyril (2013) l'espèce est présente dans les champs de céréales, de vergers, de bords de routes et de zones de friches. En tant qu'adventice, l'espèce a une forte capacité d'adaptation aux environnements à divers stress biotiques et abiotiques (Liu et al., 2014).

I.1.2.1.6. Phénologie

La période relative d'émergence des adventices et des cultures peut être utilisée pour déterminer la période critique de la concurrence de la flore nuisible. Selon Mulligan & Bailey (1975), le système racinaire de la moutarde des champs après 21 jours d'émergence est plus large que les racines de onze céréales et de huit autres adventices. L'espèce est connue par une

croissance rapide, une grande taille ainsi qu'une floraison et maturité précoce par rapport au blé (Dezfooli, 2000).

I.1.2.1.7. Nuisibilité

Sinapis arvensis est l'une des adventices persistantes et émergentes dans les systèmes de production de cultures d'hiver (Soltani et al., 2011) et connue comme contaminants de semences (Berrows & Tyrl, 2013).

I.1.2.1.7.1. Nuisibilité primaire

La compétition c'est une nuisibilité primaire directe qui se traduit par la baisse du rendement de la culture. *Sinapis arvensis* est l'une des adventices des cultures à feuilles larges classée comme compétitive de plusieurs cultures dans le monde (Anderson, 1956) et en Algérie (Carter, 1975) en tant que responsable de la réduction du rendement des cultures.

L'espèce atteint rapidement une large surface foliaire par rapport aux diverses cultures, cela fait de cette dernière un sérieux potentiel de concurrence avec plusieurs cultures en diminuant leur rendement total (Siyahpoosh et al., 2012). Une étude faite par McMullan et al. (1993) a montré que la concurrence de *S. arvensis* dans la culture de deux cultivars de canola (*Brassica rapa* et *B. napus*) a diminué le rendement des deux cultures, en plus de contamination de rendement par les graines de cette adventice, en réduisant les acides gras recherché (acide oléique) dans les huiles de canola et en augmentant les acides gras indésirables (acides linoléique et érucique).

En céréaliculture, il a été rapporté que la réduction moyenne du rendement de blé, d'avoine et d'orge due aux infestations de moutarde des champs sur une période de 9 ans été 53, 63 et 69%, respectivement (Anderson, 1956). En outre, *S. arvensis* réduit le poids sec du blé par 31% (Dhima & Eleftherohorinos, 2005), le rendement en grains par 44% et la biomasse finale de blé par 51% (Dezfooli, 2000). Selon Iqbal & Wright (1999) la nuisibilité de *S. arvensis* peut s'expliquer son pouvoir d'assimilation d'azote par rapport au blé.

Autre, elle a également été désignée comme une espèce nuisible pour le bétail, car les graines de moutarde sauvage contiennent des niveaux élevés d'acide érucique (Mulligan & Bailey, 1975 ; Knutsen et al., 2016). En outre, Alex (1970) trouve que l'espèce cause une réduction de rendement dans d'autres cultures telles que le lin, la pomme de terre et le chou.

I.1.2.1.7.2. Nuisibilité secondaire

La nuisibilité secondaire est la réalimentation du stock semencier du sol, par les graines des plantes adventices ce qui conduit à amplifier la nuisibilité les années suivantes. Selon Mulligan & Bailey, (1975), les plantes de la moutarde des champs dans les surfaces cultivées peuvent contenir 10 à 18 graines par gousse et de 2 000 à 3 500 graines par plante tandis que celles qui poussent sans concurrence sont plus grandes et ont beaucoup plus de graines. Les graines sont contenues dans des siliques qui se divisent généralement lors de la récolte. Une partie de la graine peut rester en tant qu'impureté dans les semences des cultures et le reste tombe sur le sol à proximité immédiate des plantes mères.

La longévité de son stock semencier, la compétitivité de son type de croissance annuelle et sa fécondité élevée sont autant de facteurs qui favorisent sa dispersion et font d'elle une plante nuisible (Warwick et al., 2000).

I.1.2.1.8. Résistance aux herbicides

Plusieurs espèces adventices de la famille *Brassicaceae* ont développé une résistance aux herbicides (Warwick et al., 2005 ; Heap, 2009). Des biotypes résistants aux triazines ont été signalés chez *S. arvensis* ainsi que deux d'autres adventices (*Capsulla bursa-pastoris*, *Raphanus raphanistrum*) (Warwick, 2011). Des biotypes résistants aux inhibiteurs de l'acétolactate synthase (ALS) ont été signalés chez 12 espèces dans sept pays différents grâce à une mutation de gène ALS chez les espèces (Hanson et al., 2004, Warwick *et al.*, 2005, Christoffers et al., 2006). Les biotypes résistants de *S. arvensis* n'était pas seulement développé contre les ALS inhibiteurs mais aussi contre les herbicides auxiniques (Heap & Morrison, 1992 ; Mithila & Hall, 2013).

I.1.3. Diversité génétique

I.1.3.1. Génétique qualitative (Fst)

La F_{st} est largement utilisé pour comparer la différenciation des populations présente dans les locus moléculaires neutres, il a récemment été critiqué en raison de sa dépendance à la diversité au sein de la population (Meirmans & Hedrick, 2011). La génétique qualitative est appelée aussi les variables discrètes, représentées par des descripteurs qualitatifs de nature génétique simple qui permette des inférences fiables sur les accessions de matériel génétique (de Jesus et al., 2013).

I.1.3.2. Génétique quantitative (*Qst*)

La *Qst* est une métrique standardisée utilisée pour évaluer le degré de différenciation génétique parmi les populations présentées par des caractères quantitatifs (Lynch & Walsh, 1998). La composante génétique de la variation quantitative est souvent polygénique, c'est-à-dire qu'elle est due à une variation de certains ou plusieurs loci, chacun contribuant à une variation de phénotype (Futuyma, 2009).

I.1.3.2.1. Variabilité des traits quantitative des adventices

La variation des traits intraspécifiques est fréquente chez de nombreuses espèces, reflétant des processus tels que l'adaptation locale, la plasticité phénotypique et le flux génétique variable dans le paysage (Albert et al., 2011).

Les espèces adventices devraient être particulièrement utiles pour étudier les schémas de variation morphologique et d'adaptation à plusieurs échelles spatiales (Hovick et al., 2018). Parce qu'un nombre élevé de ces espèces est géographiquement répandues et présent dans divers habitats, ces espèces font face à une mosaïque complexe de pressions de sélection (Nelson & Anderson, 2015). De nombreuses espèces adventices présentent une variabilité génétique et / ou phénotypique importante au niveau de la population, ce qui permet aux modèles de sélection spatiaux de produire des modèles de variation phénotypique correspondants (Dlugosch & Parker, 2008 ; Vigueira et al., 2013). En outre, la variation phénotypique peut se reproduire dans le paysage, en particulier lorsque ces espèces se trouvent dans des environnements couramment soumis à des pressions de sélection uniques, tels que les champs agricoles, les bords de route et d'autres zones fortement perturbées (Lee & Gelembiuk, 2008 ; Vigueira et al., 2013).

I.2. DEUXIEME PARTIE

I.2.1. Biopesticides

I.2.1.1. Définition

Les biopesticides sont des organismes vivants ou produits issus de ces organismes ayant la particularité de supprimer ou limiter les ennemis des cultures (Deravel et al., 2014). Selon Bailey et al. (2010), les biopesticides peuvent être des plantes, des nématodes, ou des micro-organismes comprenant des bactéries, des champignons et des virus. Les biopesticides offrent des avantages uniques tout au long de la chaîne alimentaire, offrant des options supplémentaires pour les producteurs, les acheteurs, les vendeurs, les consultants et les détaillants (Kumar, 2015).

I.2.1.2. Classification

Les produits considérés comme des biopesticides par les agences de réglementation européennes et mondiales sont d'origines diverses. Ils peuvent être classés en trois grandes catégories, selon leur nature : les biopesticides microbiens, les biopesticides végétaux et les biopesticides animaux (Chandler et al., 2011 ; Leng et al., 2011 ; Deravel et al., 2014).

I.2.1.2.1. Biopesticides microbiens

Cette catégorie comprend les bactéries, champignons, oomycètes, virus et protozoaires. L'efficacité d'un nombre important d'entre eux repose sur des substances actives dérivées des micro-organismes. Ce sont, en principe, ces substances actives qui agissent contre le bio-agresseur plutôt que le micro-organisme lui-même (Deravel et al., 2014). L'action pesticide peut provenir de l'organisme lui-même ou d'une substance qu'il produit (Kachhawa, 2017). Les biopesticides microbiens les plus couramment utilisés sont les organismes vivants, pathogènes pour le bio-agresseur d'intérêt. Il s'agit notamment de biofongicides (exemple : *Trichoderma*, *Pseudomonas*, *Bacillus*), de bioherbicides (exemple : *Phytophthora*, *Colletotrichum*, *Phoma* et *Sclerotinia*) et de bioinsecticides (exemple : *Bacillus thuringiensis*) (Gupta et al., 2010 ; Harding & Raizada, 2015).

I.2.1.2.2. Biopesticides animaux

Ces biopesticides sont des animaux comme les prédateurs ou les parasites, ou des molécules dérivées d'animaux, souvent d'invertébrés comme les venins d'araignées, de scorpions, des hormones d'insectes, des phéromones (Goettel et al., 2001 ; Windley et al.,

2012). Les effets des biopesticides d'origine animale et plus particulièrement des insectes auxiliaires sur la faune locale sont minutieusement étudiés avant leur utilisation (Dareval et al., 2014).

I.2.1.2.3. Biopesticides végétaux

Les extraits des plantes et les huiles sont des produits chimiques spécifiques ou des mélanges de composants chimiques dérivés d'une plante (Kumar, 2015). Les pesticides botaniques dérivés de certaines parties ou d'ingrédients actifs des plantes ont montré un effet insecticide, stérilisateur, herbicide et régulateur de la croissance des plantes (Leng et al., 2011). Les extraits de plantes et les huiles sont le plus souvent utilisés comme insecticides et herbicides (Kumar, 2015). Les pesticides végétaux ont utilisé principalement des métabolites secondaires de plantes, tels que les flavonoïdes, les alcaloïdes, etc. (Leng et al. 2011). En outre, de nombreuses plantes contiennent de l'huile essentielle qui est un mélange complexe de composés volatils accumulés dans les graines, les fleurs et/ou les feuilles et de nombreux huiles essentielles ont des activités insecticides, fongicide et herbicide (Tworkoski, 2002 ; Koul et al., 2008 ; Poonpaiboonpipat et al., 2013 ; Sturchio et al., 2014 ; Raja & Masresha, 2015 ; Mossa, 2016).

I.2.2. Substances allelochimiques

I.2.2.1. Allélopathie

I.2.2.1.1. Définition

L'allélopathie est définie par Rice, (1984) comme « tout effet direct ou indirect, positif ou négatif, d'une plante sur une autre à travers la production de composés chimiques libérés dans l'environnement ». Selon Soltys et al., (2013) l'allélopathie est défini comme « l'interaction entre les plantes et les micro-organismes par une variété de composés habituellement appelés allélopathines, substances allelochimiques ou composés allélopathiques ». En outre, l'allélopathie est un phénomène biologique par lequel un organisme produit des substances biochimiques qui influencent la croissance, la survie, le développement et la reproduction d'autres organismes (Cheng & Cheng, 2015).

I.2.2.2. Allélopathines ou composants allélopathiques

Les allélopathines sont des produits du métabolisme secondaire et des métabolites primaires non nutritionnels (Weir et al., 2004 ; Dias et al., 2018). Selon Venturelli et al., (2016), les substance allélopathiques sont des phytotoxines proviennent d'une série de

métabolites secondaires. Cheng & Cheng, (2015) ont défini les substances allélochimiques, comme étant des substances non nutritives principalement produites en tant que métabolites secondaires de plantes ou produits de décomposition de microbes et sont les milieux actifs de l'allélopathie. Ces composés appartiennent à de nombreux groupes chimiques comprenant: les tricétones, les terpènes, les benzoquinones, les coumarines, les flavonoïdes, les terpénoïdes, les strigolactones, les acides phénoliques, les tanins, la lignine, les acides gras et les aminoacides non protéiques (Soltys et al., 2013). Les substances allélochimiques peuvent potentiellement être utilisées comme régulateurs de croissance, herbicides, insecticides et produits antimicrobiens dans la protection des cultures (Cheng & Cheng, 2015).

I.2.2.3. Potentiel herbicide

Les propriétés allélopathiques des plantes peuvent être exploitées avec succès comme outil de réduction des pathogènes et des adventices (Khanh et al., 2007). La perturbation biologique de la croissance des plantes adventices peut être obtenue via l'effet allélopathique des plantes (**Tableau 2**) possédant la capacité phytotoxique vis-à-vis la flore adventice (Cheng & Cheng, 2015). Par exemple, les monoterpènes volatils : l'eucalyptol et le camphre peuvent élargir et raccourcir les cellules racinaires, en plus d'induire des anomalies nucléaires et d'augmenter le nombre de vacuoles (Pawlowski et al., 2012).

I.2.2.4. Sources et production

Les substances allélochimiques sont libérées dans l'environnement par des organes végétaux tels que les racines, les rhizomes, les feuilles, les tiges, l'écorce, les fleurs, les fruits et les graines (Soltys et al., 2013) et cette production varie avec l'environnement et les contraintes environnementales associées (Zimdahl, 2007). Le tableau 1 résume quelques allélopathines étudiés, leurs sources de production et leurs efficacités dans la gestion d'adventices.

I.2.3. Huiles essentielles comme sources de pesticides naturels

I.2.3.1. Définition

Tel que défini par l'Agence Française de Normalisation (AFNOR) le terme « huile essentielle» est réservé à un « produit obtenu à partir de matière première végétale, soit par distillation à l'eau ou à la vapeur, soit par l'épicarpe d'agrumes par un procédé mécanique ou par distillation sèche » (Dhifi et al., 2016).

Tableau 2. Composants allélopathiques et leurs modes d'action sur les adventices des cultures.

Allélopathines	Source	Mode d'action	Adventices cibles
Sorgoléone	Racines du <i>Sorghum bicolor</i> (L.) Moench (Jabran, 2017).	-Inhibition de la photosynthèse (interactions avec les composants du photosystème II (PSII) (Soltys et al., 2013; Jabran, 2017). -Perturbation des caroténoïdes (l'inhibition de l'hydroxyphénylpyruvate dioxygénase (HPPD)) (Meazza et al., 2002). -Inhibition de la H ⁺ -ATPase dans les racines (diminution d'absorption d'eau (Hejl & Koster, 2004).	Large spectre d'adventices (Soltys et al., 2013; Uddin et al., 2013; Jabran, 2017).
Momilactones	Racine du <i>Oryza sativa</i> L. (Kato-Noguchi & Peters, 2013).	-Mode d'action chez les plantes est encore inconnu (Soltys et al., 2013).	<i>Lolium multiflorum</i> Lam., <i>Phleum pratense</i> L., <i>Echinochloa crus-galli</i> L., <i>Echinochloa colonum</i> L., et <i>Digitaria sanguinalis</i> L. (Kato-Noguchi & Peters, 2013).
Artémisinine	Feuilles et fleurs de <i>Artemisia annua</i> L., (Jessing et al., 2014; Nguyen et al., 2011).	-Surproduction de dérivés réactifs de l'oxygène (ROS) qui provoque la peroxydation des lipides membranaires et la mort cellulaire, et un impact sur la mitose et les processus physiologiques, entraînant une inhibition de la croissance (Yan et al., 2015).	Large spectre d'adventices (Hussain & Reigosa, 2014).
Leptospermone	Racines de <i>Callistemon citrinus</i> Curtis (Dayan et al., 2011)	Inhibiteur de la p-hydroxyphénylpyruvate dioxygénase (HPPD) qui intervient dans la biosynthèse des caroténoïdes chez les plantes (Dayan et al., 2007, 2011, Rocaboy-Faquet et al., 2014).	<i>Digitaria sanguinalis</i> L., <i>Setaria glauca</i> L., <i>Echinochloa crus-galli</i> L., <i>Avena sativa</i> L., <i>Amaranthus retroflexus</i> L., <i>Brassica juncea</i> L. et <i>Rumex crispus</i> L. (Dayan et al., 2011).
Sarmentine	Fruits des espèces du genre <i>Piper</i> (Dayan et al. 2015).	-Perturbation de la cuticule de la plante qui entraîne une perturbation des membranes cellulaires et une peroxydation lipidique suivie de la formation de radicaux (Lederer et al., 2004 ; Fukuda et al., 2004).	<i>Amaranthus retroflexus</i> , <i>Convolvulus</i> sp., <i>Echinochloa crus-galli</i> L., <i>Digitaria sanguinalis</i> L., <i>Leptochloa</i> sp., <i>Poa annua</i> , <i>Sinapis arvensis</i> L., <i>Rumex crispus</i> L., <i>Conyza canadensis</i> L. et <i>Carex</i> sp. (Soltys et al., 2013).

Les huiles essentielles sont un mélange de constituants lipophiles volatils, provenant généralement de plantes supérieures, mais également présentent dans les bryophytes (Sadgrove & Jones, 2015). Selon Franz & Novak, (2010). Les huiles essentielles sont des mélanges complexes de composés volatils produits par des organismes vivants et isolés par des moyens physiques (pressage et distillation) à partir d'une plante entière ou d'une partie de plante d'origine taxonomique connue. En outre, elles sont définies comme étant des mélanges complexes de monoterpènes (hydrocarbures et monoterpènes oxygénés), ainsi que des sesquiterpènes (hydrocarbures et sesquiterpènes oxygénés et de phénols aromatiques, d'oxydes, d'éthers, d'alcools, d'esters, d'aldéhydes et de cétones (Batish et al., 2008 ; Dhifi et al., 2016).

I.2.3.2. Sources et production

Les plantes aromatiques produisent une grande variété de métabolites secondaires; parmi eux, les huiles essentielles (Dhifi et al., 2016). Les huiles essentielles sont produites par les trichomes glandulaires et d'autres structures sécrétoires, des tissus sécrétoires spécialisés principalement diffusés à la surface des organes de la plante, en particulier les fleurs et les feuilles (Sharifi-Rad et al., 2017). En outre, elles sont définie comme des liquides aromatiques et volatils extraits des organes végétaux, comme les fleurs, les racines, l'écorce, les feuilles, les graines, la pelure, les fruits, les péricarpes, le bois, les rhizomes et la plante entière (Başer & Buchbauer, 2010 ; Hyldgaard et al., 2012 ; Dhifi, 2016 ; Dąbrowska, 2017). Le plus souvent, les huiles essentielles sont obtenu à partir de feuilles, de brindilles, de pulpe de bois ou de tissu d'écorce des plantes supérieures, et aussi largement trouvé dans les bryophytes, tels que les hépatiques (Sadgrove & Jones, 2015). Il y a trois méthodes en usage pour l'extraction des huiles essentielles : l'expression est probablement la plus ancienne et est utilisée presque exclusivement pour la production d'huiles d'agrumes. La deuxième méthode, l'hydrodistillation ou la distillation à la vapeur, est l'une des trois méthodes les plus couramment utilisées, tandis que la distillation à sec n'est utilisée que rarement dans certains cas très particuliers (Başer & Buchbauer, 2010). Cependant, la plupart des huiles essentielles disponibles sur le marché sont obtenues par hydrodistillation (Sadgrove & Jones, 2015). Au fur et à mesure que la production industrielle de produits chimiques de synthèse a commencé et augmenté au cours du XIXe siècle, la production d'huiles essentielles a également augmenté en raison de leur importance pour notre mode de vie. Les quantités d'huiles essentielles produites dans le monde varient considérablement où la production annuelle de

certaines huiles essentielles dépasse 35 000 tonnes alors que celle des autres ne peut atteindre que quelques kilogrammes (Schmidt, 2010).

I.2.3.3. Analyses, composition et propriétés chimiques

La technique la plus couramment utilisée dans la caractérisation chimique des huiles essentielles est la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) (Sadgrove & Jones, 2015). La GC-MS est utilisé pour identifier les composants de l'huile essentielle. Le détecteur le plus couramment utilisé en chromatographie en phase gazeuse est un spectromètre de masse, mais la détection par ionisation de flamme (FID) est souvent utilisée lorsque la précision de la quantification est préoccupante. La GC-FID donne des données de quantification plus précises, il est plus courant d'utiliser la méthode de quantification moins précise, qui est calculée à partir du chromatogramme de la GC-MS (Sadgrove & Jones, 2015 ; Başer & Buchbauer, 2010). Deux autres méthodes digne d'être mentionnées ici est la microextraction en phase solide (SPME) (Reineccius, 2007) et le spectroscope à résonance magnétique nucléaire (NMR) (Sadgrove & Jones, 2015).

Les composants de l'huile essentielle appartiennent principalement à deux groupes: les composés terpéniques et les composés aromatiques. Parmi ces groupes, on distingue les monoterpènes, les sesquiterpènes, les phénylpropanoïdes et leurs dérivés oxygénés, ainsi que les constituants aromatiques et aliphatiques dont les alcools, les esters, les aldéhydes, les cétones, les éthers, les peroxydes et les phénols (Sharifi-Rad et al., 2017 ; Calo et al., 2015).

Les huiles sont généralement constituées de terpénoïdes (monoterpènes, sesquiterpènes et diterpènes sous la forme d'hydrocarbures, alcools, aldéhydes, cétones, éthers, esters, peroxydes et phénols), des composés aromatiques (C6-C3 et C6-C1) moins fréquents, mais caractéristique de certaines huiles essentielles. Le poids moléculaire des composés aliphatiques est faible (hydrocarbures, alcools, acides, aldéhydes, esters et lactones) avec des propriétés physique, chimiques et pharmacologiques différentes responsable de l'activité de l'huile essentielle (Blázquez, 2014).

Les huiles essentielles sont solubles dans l'alcool, l'éther et les huiles fixes, mais insolubles dans l'eau (Dhifi et al., 2016). Cette composition chimique varie en fonction de nombreux facteurs: emplacement géographique des plantes, environnement, conditions météorologiques et climatiques, variété végétale et écotype et temps de récolte (Sharifi-Rad et al., 2017 ; Calo et al., 2015).

I.2.3.4. Potentiel biocide

Le large spectre d'activités biologiques des huiles essentielles est lié à la composition qualitative et quantitative de ces mélanges naturels volatils (Blázquez, 2014). Le terme "biologique" comprend toutes les activités que ces mélanges de composés volatils exercent sur les humains, les animaux et d'autres plantes (Başer & Buchbauer, 2010). De nombreuses plantes aromatique sont biologiquement actives et sont largement utilisées en médecine populaire en raison de leurs activités antibactériennes et antifongiques (Khoury et al., 2016), en plus de leur utilisation dans le traitement des plaies, des gastrites, des infections, des dermatites, des bronchites et des inflammations (Mamadalieva et al., 2017). Leur utilisation pour traiter les voies respiratoires, le système digestif ou les infections cutanées ont été confirmées (Blázquez, 2014). Dans une médecine alternative et folklorique, les composés de diverses HEs sont utilisés dans le traitement de la maladie d'Alzheimer, les maladies cardiovasculaires, le cancer et les douleurs d'accouchement (Dąbrowska, 2017).

Diverses HEs présentent un large spectre d'activité en agriculture, contre les insectes nuisibles, allant des activités insecticides, acaricides, antiappétantes, répulsives et dissuasives contre la ponte (Koul et al., 2008 ; Barton et al., 2014), contre les champignons phytopathogènes (Ben-Ghnaya et al., 2013 ; Sturchio et al., 2014) et contre les adventices (Tworkoski, 2002 ; Ben-Ghnaya et al., 2013; Barton et al., 2014 ; Kordali et al., 2015).

I.2.3.5. Potentiel herbicide des huiles essentielles

I.2.3.5.1. Efficacité

L'utilisation des herbicides «naturels» volatils sur le terrain, présente l'avantage de ne pas persister et de ne pas faire partie du produit après récolte et le produit peut être commercialisé comme «biologique» et donc attirer un prix élevé (Sadgrove & Jones, 2015). La possibilité d'utiliser des HEs comme herbicides a déjà été démontrée. Plusieurs HEs, à de très faibles concentrations, inhibent la germination de beaucoup d'espèces adventices (Uremis et al., 2009; Amri et al., 2013 ; Synowiec et al., 2016). La pulvérisation de ces huiles sur les plantules des adventices causent des symptômes phytotoxiques à savoir le flétrissement, la chlorose des feuilles, les taches nécrotiques et la dessiccation. Celles-ci révèlent que les huiles, comme d'autres herbicides, causent de graves blessures sur les adventices (Batish et al., 2007; Kaur et al., 2010; Kordali et al., 2015 ; Ootani et al., 2017). Les huiles essentielles perturbent la cuticule et contribuent à la dessiccation ou brûlent les jeunes tissus d'adventices (Soltys et al., 2013).

Les HEs affectent le fonctionnement des cellules des plantes adventices telles que la machinerie photosynthétique, la perméabilité membranaire, la respiration cellulaire, l'inhibition de la synthèse de l'ADN et de la mitose et l'accumulation de proline (Batish et al., 2007 ; Poonpaiboonpipat et al., 2013).

Il a été suggéré que l'inhibition de la synthèse de l'ADN pourrait être un mode d'action des monoterpènes dans la réduction de la prolifération cellulaire dans le méristème apical des racines (Amri et al., 2013) d'où l'inhibition d'élongation des racines des plusieurs espèces adventives traitées par les HEs. En utilisant la microscopie d'immunofluorescence avec des anticorps contre le bromo-desoxy-uridine (BrdU), Koitabashi et al. (1997) découvert que le 1,8-cinéole produit par *Salvia* spp. inhibe à la fois la synthèse d'ADN nucléaire et organellaire.

I.2.3.5.2. Commercialisation

Dans la majorité des pays, les produits phytosanitaires doivent être homologués avant leur mise sur le marché et leur utilisation (Deravel et al., 2014). Certaines huiles essentielles ont été développées comme herbicides naturels (Dayan & Duke, 2010), le **tableau 3** montre les herbicides à base d'HEs commercialisée dans le marché des biopesticides.

I.2.3.5.3. Modes d'application et formulation

L'application des HEs comme herbicides suit la même approche de désherbage chimique la plus couramment utilisé ; une formulation à diluer dans l'eau et à pulvériser (Libs & Salim, 2017). Plusieurs études ont montré l'efficacité d'émulsifier les HEs avec l'eau en utilisant les tensioactifs non ionique Tween-20 ou Tween-80 (Batish et al., 2004 ; Mutlu et al., 2011 ; Ootani et al., 2017) ce qui est connu sous le nom micro-émulsion de l'HE (Manindra et al., 2011). Le développement d'une formulation appropriée est nécessaire pour formuler un herbicide organique pratique basé sur les HEs (Hazrati et al., 2017).

La nano-émulsion des HEs pour la gestion des adventices sont aussi utilisées. Elle est utilisé pour une émulsion de très petite taille, allant de 20 à 200 nm (Wang et al., 2007).

Tableau 3. Herbicides à base des huiles essentielles utilisées en agriculture organique (Dayan & Duke, 2010).

Nom commercial du produit	Composant principal	Concentration	Dose/Hectar
Greenmatch EX	HE de <i>Cymbopogon citratus</i> Stapf. ou <i>C. flexuosus</i> D.C.	50%	47–70 L/ha
Matran II	HE de <i>Eugenia caryophyllus</i> (Spreng.) Bullock & S. G. Harrison	50%	64–100 L/ha
Weed Zap	HE de <i>E. caryophyllus</i> / <i>Cinnamomum verum</i> j. presl	45%/45%	70–90 L/ha
Worry Free	HE de <i>Citrus</i> spp.	70%	/ ^a
Organic Interceptor	HE de <i>Pinus sylvestris</i> L.	70%	130–700 kg/ha
EcoExempt HC	HE de <i>Mentha piperita</i> L./ <i>E. caryophyllus</i>	24%/24%	/ ^a

^a : L'étiquette n'indique pas les recommandations de volume par zone.

La nano-technologie est l'une des technologies les plus applicables pour affiner la formulation des HEs (Hazrati et al., 2017) et aide à améliorer leur fonction et leur stabilité (Silva et al., 2015). La nano-émulsion est une macro-émulsion modifiée par l'ajout d'un solvant organique et une sonication dans un bain à ultrasons (Abd El Azim & Balah, 2016).

I.2.4. Plantes aromatiques étudiées

I.2.4.1. *Thymus fontanesii* Boiss. et Reut.

I.2.4.1.1. Position systématique

La famille *Lamiaceae* est parmi les plus grandes familles botaniques avec 236 genres et 7000 espèces (Harley et al., 2004). Le genre *Thymus* est constitué d'environ 350 espèces annuelles ou sous-arbrisseaux aromatiques (Stahl-Biskup & Sáez, 2002).

I.2.4.1.2. Description botanique et écologique

Thymus fontanesii appelé communément « le thym » et en Algérie « zataar » est une plante sous-ligneuse érigée ou prostrée, odorante à inflorescences en faux verticilles (Quezel & Santa, 1962) pouvant atteindre 40cm d'hauteur (Soto-Mendivil et al., 2006). Les tiges sont dressées robustes portant des feuilles oblongues-lancéolées entières et glabres. Inflorescences plus ou moins interrompues vers le bas et les fleurs sont de couleur blanche ou pâle à peine

plus longues que le calice. Le thym pousse de façon spontanée sur les côteaux secs et rocailloux ou dans les garigues (Quezel & Santa, 1963).

I.2.4.1.3. Distribution géographique

Les espèces du genre *Thymus* sont originaires d'Europe, d'Afrique du Nord et d'Asie (Stahl-Biskup & Sáez, 2002). Quezel & Santa (1962) décrivent 12 espèces de ce genre dont 8 sont endémiques au Nord de l'Afrique. Le thym est une plante répandue en Algérie, les différentes espèces qui y existent sont réparties le long du territoire national, du Nord Algérois à l'Atlas saharien, et du Constantinois à l'Oranie (Kabouche et al., 2005). Quant à *T. fontanesii*, il est endémique en Algérie, en Tunisie et est commun dans le Tell (Quezel et Santa, 1962).

I.2.4.2. *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* Briq. (L.)

I.2.4.2.1. Position systématique

Le genre *Satureja* (*Lamiaceae*) inclus environ 200 espèces d'herbes et d'arbustes, souvent aromatiques (Rustaiyan et al., 2004). Ce genre est présent en Algérie avec quatre sous genres ; parmi ces derniers le sous genre *Calamintha* regroupant 5 espèces et 3 sous espèces (Quezel & Santa, 1963).

I.2.4.2.2. Description botanique et écologique

Satureja calamintha appelé communément « sarriette ou calament » et en Algérie « nabta, ketéya, tourete », est une plante vivace plus ou moins pubescente à feuilles ovales, courtement pétiolées, un peu dentelées ou presque entières. L'inflorescence est en cymes lâches et pédonculées. Corolle violet pâle, bien plus longue que le calice. L'espèce pousse dans les pelouses, les forêts et les broussailles (Quezel & Santa, 1962 ; 1963).

I.2.4.2.3. Distribution géographique

Le genre *Satureja* est largement répandus dans la région méditerranéenne, en Asie et en Amérique boréale (Rustaiyan et al., 2004). Selon Quezel & Santa, (1962) *S. calamintha* subsp. *nepeta* poussent en montagnes mais elle est assez rare dans le tell.

I.2.4.3. *Eucalyptus citriodora* Hook.

I.2.4.3.1. Position systématique

La famille des *Myrtaceae* est la huitième plus grande famille de plantes à fleurs, en comptant plus de 145 genres et 5500 espèces (Govaerts et al., 2008 ; Mabberley, 2008). Au sein de cette famille on trouve des arbres et des arbustes. Le genre *Eucalyptus*, originaire d'Australie, est représenté par plus de 700 espèces réparties dans le monde (Batish et al., 2008).

I.2.4.3.2. Description botanique et écologique

Parmi les espèces de ce genre, le *E. citriodora* est un grand arbre (24-50m d'hauteur) à croissance rapide avec une écorce lisse et blanche et des feuilles parfumées au citron (Orwa et al., 2009 ; Salazar et al., 2015). Le tronc est grand et droit (60-130cm de diamètre) à feuillage tombant lancéolées. L'inflorescence est terminale, composé, axillaire et simple ; ombelles 3 fleurs et les boutons floraux sont de couleur blanches. Le fruit est ovoïde, souvent verruqueux, avec 3-4 valves induites en profondeur ; peu de graines, irrégulièrement elliptiques relativement grandes, brillantes, noires de 4-5 mm de longueur (Orwa et al., 2009). Cette espèce survit dans de fortes conditions de stress environnemental et connue par sa résistance aux insectes (Imatomi et al., 2013). L'espèce pousse naturellement sur des plateaux glissants, y compris des crêtes sèches, en forêt ouverte et boisée, généralement sur des sols pauvres, de 80 à 800m d'altitude (Orwa et al., 2009).

I.2.4.3.3. Distribution géographique

Eucalyptus citriodora est originaire d'Australie et considérée comme exotique en Algérie, et au différent pays au Nord et au Centre d'Afrique, en Europe, en Asie et en Amérique du sud (Orwa et al., 2009). En Algérie, l'espèce est largement répandue au nord et les différentes espèces de ce genre occupaient une surface de 5855ha dont plus de la moitié dans la région Oranaise (Boudy, 1955).

MATÉRIEL ET MÉTHODES

II. MATÉRIEL ET MÉTHODES

II.1. PREMIERE PARTIE

II.1.1. Étude de la phénologie de la moutarde des champs (*Sinapis arvensis*) dans la culture de blé dur (*Triticum durum*)

II.1.1.1. Site d'étude

L'étude de la phénologie de *S. arvensis* a été réalisée dans un champ de blé dur à la ferme centrale de l'ENSA (2015-2016) et à la station expérimentale de l'ENSA (2016-2017) dont le précédent cultural des deux champs est le blé dur.

II.1.1.2. Étude phénologique

Les différents stades phénologiques des deux espèces (*S. arvensis* et *T. durum*) ont été notés selon l'échelle de BBCH (Biologische Bundesanstalt, Bundessortenamt et Chemische Industrie) qui est utilisable pour toutes les espèces en utilisant le même code pour un stade phénologique donné (BBCH, 2001) améliorée et développée conjointement par la BBA (Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft), le BSA (Bundessortenamt), l'IVA (Industrieverband Agrar) et par l'IGZ (Institut de Culture Maraîchère et Floriculture) (**Tableau 4**). Cette échelle décimale sert à la codification des stades phénologiques des mono- et dicotylédones. Elle est divisée en stades de développement principaux et secondaires en se basant sur l'échelle de Zadoks et al. (1974). L'étude a été réalisée sur 4 plants de moutarde des champs et de blé dur choisis aléatoirement au cours des deux années successives. Les stades phénologiques ont été notés chaque semaine jusqu'à la maturité physiologique des deux espèces.

II.1.2. Étude des traits quantitatifs et phénologiques des populations de *Sinapis arvensis* échantillonnées le long d'un gradient longitudinal dans deux différents habitats

II.1.2.1. Échantillonnage des graines, germination et croissance des plantes de *Sinapis arvensis*

Les graines de *S. arvensis* ont été collectées dans huit régions du nord de l'Algérie en juin 2018 (**Figure 2A et 2B, Annexe 1**). Dans chaque région, deux types d'habitat ont été sélectionnés : un champ de blé (C) et un site adjacent non cultivé (N) distants de 1 à 2 km l'un de l'autre (détail sur les habitats dans l'Annexe 1). Dans les 16 populations, 60 graines de 20 plantes mères ont été collectées en utilisant un transect en forme de W avec une distance ≥ 5 m entre les plantes. Au total, 19 200 graines de 320 plantes mères ont été échantillonnées.

Tableau 4. Échelle de BBCH décrivant les stades phénologiques des espèces mono- et dicotylédones (BBCH, 2001).

Stade	Description phénologique
0	Germination / levée / développement des bourgeons
1	Développement des feuilles (tige principale)
2	Formation des pousses secondaires / tallage
3	Élongation de la tige / formation de la rosette / développement des pousses (tige principale)
4	Développement des parties végétatives de récolte ou des organes de multiplication végétative / développement des organes de reproduction sexuée, gonflement de l'épi ou de la panicule (tige principale)
5	Apparition de l'inflorescence (tige principale) / épiaison
6	Floraison (tige principale)
7	Développement des fruits
8	Maturation des fruits ou graines
9	Sénescence et mort ou début de la période de dormance

Sur les 20 plantes mères échantillonnées par population, 10 ont été sélectionnées au hasard, soit un total de 160 plantes mères utilisées pour les présentes études. Trente graines par plante mère ont été mises à germer dans de petites boîtes de Pétri de 4,5 cm de diamètre (pour un total de 1600 graines). Pour lever la dormance endogène des graines, les graines ont été laissées sur un papier filtre imbibé d'acide gibbérellique 3 (GA3) à une concentration de 250mg L⁻¹ (Luzuriaga et al., 2006). Les graines ont ensuite été placées dans une chambre de croissance (température : 25 ± 2°C, humidité relative : 57%, photopériode : 12h / 12h, intensité lumineuse : 6 klux) pendant au moins 6 jours. Après la germination, neuf plants de chaque plante mère ont été plantés dans des bacs pendant une semaine, puis repiqués dans des pots de 1l remplis d'un mélange de sol (y compris de vermiculite) et de sable (2 : 1). Les plantes ont ensuite été conservées dans la serre de l'Université de Fribourg dans des conditions contrôlées [température : 27 ± 2°C, humidité relative : 72 ± 2%, photopériode : 16h / 8h, obtenue avec des lumières naturelles et artificielles (400W, Osram Powerstar, Slovaquie), intensité lumineuse : 16klux]. Sur les neuf plants par plante mère transplantés, trois plants ont été utilisés pour l'étude I qui sert de témoin dans l'étude II et les six autres plants ont été utilisés pour l'étude II (trois plants par herbicide). Les deux études ont été entamées lorsque les plantules ont atteint le stade 4-6 feuilles (**Figure 3**).

Pour caractériser les conditions climatiques des populations collectées (voir figure 2B), nous avons extrait 19 variables bioclimatiques de WorldClim v.1.4 (Hijmans et al., 2005) pour chacun des 16 sites de collecte en utilisant le package raster R (Hijmans, 2011).

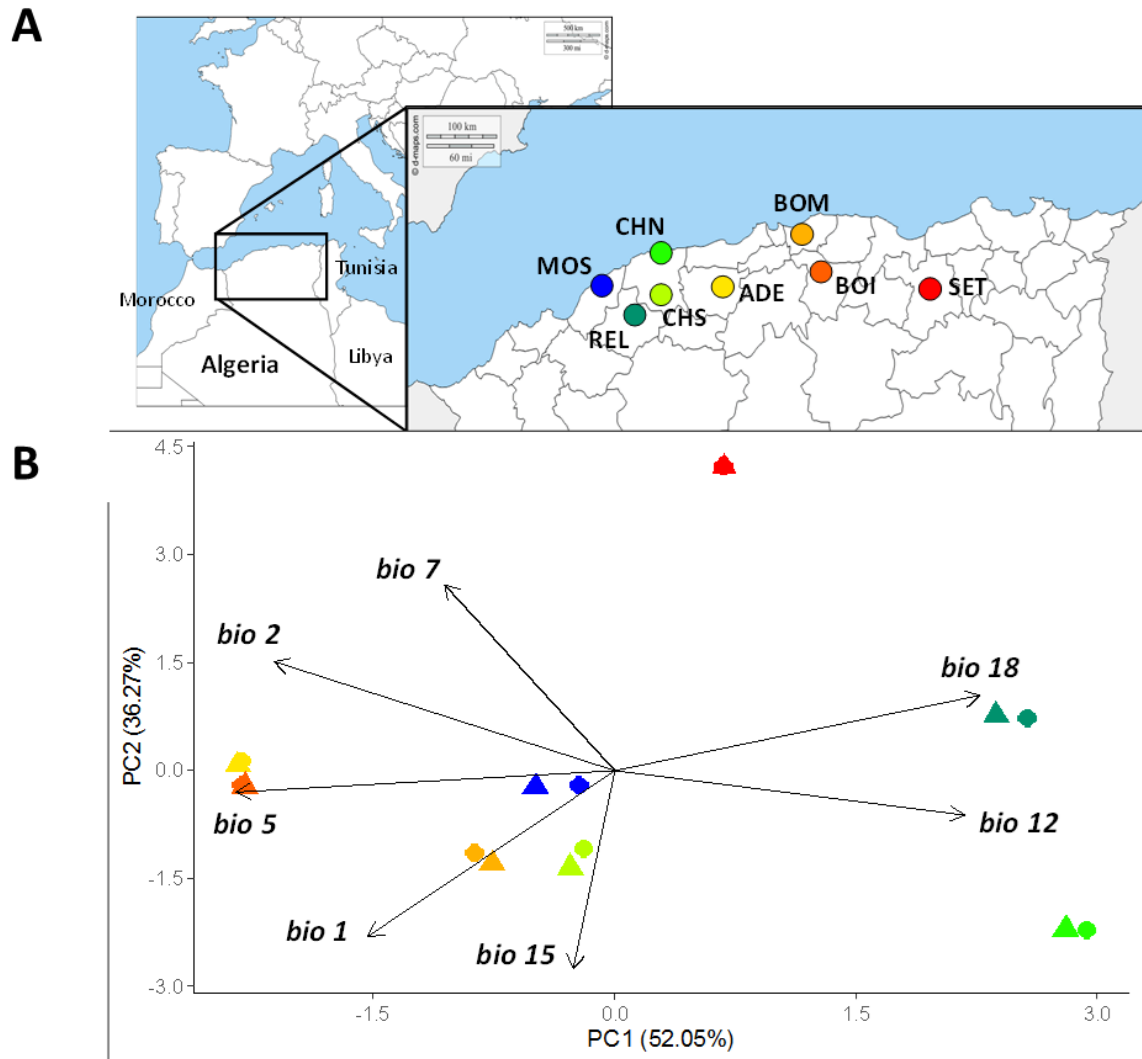


Figure 2. A) Emplacements géographiques des huit régions du Nord d'Algérie, dans lesquels des graines de *Sinapis arvensis* ont été collectées dans deux habitats (champ de blé et site adjacent non cultivé, C et N, respectivement). Les détails des populations sont donnés dans l'Annexe 1, et B) Analyse en composantes principales (PCA) caractérisant les conditions climatiques des huit régions étudiées (couleurs des régions identiques à la carte A avec les 16 populations [l'habitat C (points) et l'habitat N (triangle)] dans le nord de l'Algérie. Sept variables bioclimatiques ont été utilisées dans le PCA (bio1 = température moyenne annuelle, bio2 = plage diurne moyenne, bio5 = température maximale du mois le plus chaud, bio7 = plage de température annuelle, bio12 = précipitations annuelles, bio15 = saisonnalité des précipitations, bio18 = précipitations de le quartier le plus chaud).

Nous avons d'abord supprimé les variables bioclimatiques hautement corrélées (c'est-à-dire avec le coefficient de corrélation du moment du produit de Pearson par paires supérieur

à 0,8). Une analyse en composantes principales (PCA) a ensuite été réalisée avec les sept variables bioclimatiques restantes : bio1 = température moyenne annuelle, bio2 = plage diurne moyenne, bio5 = température maximale du mois le plus chaud, bio7 = plage de température annuelle, bio12 = précipitations annuelles, bio15 = saisonnalité des précipitations, bio18 = précipitations du quartier le plus chaud. Le PCA a été généré avec le package ggplot2 R après standardisation des sept variables bioclimatiques.



Figure 3. Plantules de *Sinapis arvensis* au stade 4-6 feuilles sous conditions contrôlés prêtes pour la réalisation de l'étude I et II.

II.1.2.2. Evaluation des traits quantitatifs (étude I)

La taille des graines a été mesurée initialement avant la germination à l'aide de l'ImageJ Software en prenant des photos avec l'application CamScanner, des 10 graines par plante mère de 10 plantes mères au total par population. Le taux de germination des graines aussi été enregistré après la mise en germination des trente graines par plante mère.

Les trois plants par plante mère ont été placés dans des blocs complètement randomisé et dans les mêmes conditions contrôlées que celles décrites ci-dessus pour la croissance des plantules. Parmi eux, le nombre de feuilles cinq jours après la transplantation dans des pots de 11 et le taux de croissance relatif (RGR) a été enregistrée. Le RGR est calculé comme suit :

$RGR = \frac{\ln(W_2 - W_1)}{(t_2 - t_1)}$, où W_2 et W_1 correspondant à la hauteur de la plante, 20 (t_2) et 10 (t_1) jours après la transplantation dans les pots de 1l (Hoffmann & Poorter, 2002). En outre, les stades phénologique des trois plantules par plante mère (1 : végétatif, 2 : boutons floraux, 3 : floraison, 4 : formation de fruits) ont été évalué 10 jours après le repiquage. Après la fin de la floraison (80 jours après le repiquage), la taille finale ainsi que le poids sec de chaque plante après séchage à 70°C pendant 48 heures ont été mesurés.

II.1.3. Evaluation de niveau de résistance de *Sinapis arvensis* à l'herbicide inhibiteur d'ALS (étude II)

Deux herbicides anti-dicotylédones largement utilisés dans les cultures de céréales en Algérie ont été sélectionnés : Sekator® OD (amidosulfuron + iodosulfuron-méthyl-sodium, 25 g a.i. l⁻¹ + 100 g a.i. l⁻¹ + 250 g a.i. l⁻¹, OD, CROP SCIENCE BAYER ALGÉRIE) et Mustang®360 SE (Florasulam + 2,4-D, 6.25 g a.i. l⁻¹ +, 300 g a.i. l⁻¹, SE, PROFERT ALGÉRIE).

L'amidosulfuron + iodosulfuron-méthyl-sodium (Sekator® OD) sont deux sulfonylurées qui inhibent l'ALS, avec une activité foliaire prédominante et sont transportées dans le système descendant et ascendant. Florasulam + 2,4-D (Mustang®360 SE) est une combinaison d'un inhibiteur de l'ALS et d'un herbicide auxinique. Le florasulam agit par inhibition de l'ALS, en bloquant la synthèse des acides aminés responsables de la division cellulaire dans les méristèmes et le 2,4-D agit en augmentant anormalement la plasticité de la paroi cellulaire, la biosynthèse des protéines et la production d'éthylène dans les tissus végétaux.

Pour évaluer la résistance des plantes étudiées des 16 populations C et N, neuf plantules par plante mère ont été attribuées à trois traitements différents : trois plantules ont servi de témoins, trois plantules ont été attribuées au traitement Mustang® 360 SE et trois plantules au traitement Sekator® OD. Au total, 1440 plantes ont été utilisées avec 480 par traitement.

L'expérience de résistance aux herbicides a été réalisée dans la serre de l'Université de Fribourg dans des conditions contrôlées [température : 27 ± 2C °, humidité relative : 72 ± 2%, photopériode : 16h / 8h réalisée avec des lumières naturelles et artificielles (400 W, Osram Powerstar, Slovaquie), intensité lumineuse : 16 klx]. Les doses recommandées par les

fabricants sont respectivement de 0,6 l ha⁻¹ et 0,15 l ha⁻¹ pour le florasulam + 2,4-D et l'amidosulfuron + iodosulfuron-méthyl-sodium. Pour assurer la phytotoxicité sur les plantes sensibles et étant donné que les biotypes résistants soutiennent également des concentrations plus élevées sans effet sur la biomasse (Christoffers et al., 2006), nous avons pulvérisé 2 fois la dose recommandée sur les plantules au stade 4-6 feuilles. En même temps, le traitement témoin a été pulvérisé avec une quantité similaire d'eau. Après la pulvérisation, les plantes ont été arrosées 2 à 3 fois par semaine. Le niveau de phytotoxicité a été évalué 2, 4 et 6 semaines après la pulvérisation, en utilisant une échelle EWRS (European Weed Research Society) modifiée pour les évaluations visuelles de la phytotoxicité (**Tableau 5**) avec 8 classes, allant de 1 pour les plantes saines à 8 pour les plantes mortes. La présence des bourgeons des plantes traitées a également été enregistrée tout au long de l'expérience. A la fin de l'expérience, 6 semaines après la pulvérisation, le poids sec de toutes les plantes traitées a été mesuré. Les plantes du traitement témoin ont ensuite été utilisées pour l'étude de phénotypage comme mentionné ci-dessus.

Tableau 5. Echelle EWRS pour les évaluations visuelles de la phytotoxicité (modifié après Linke, 2001).

Classes	Symptômes
EWRS 1	Aucun dommage / plantes saines
EWRS 2	Très légers symptômes (très petites taches de chloroses)
EWRS 3	Légers symptômes mais clairement visibles. Petites taches chlorotiques, tige inclinée mais sans symptômes
EWRS 4	Symptômes sévères (chlorose, taches d'anthocyanes au bord des feuilles), qui n'entraînent pas d'effet négatif sur le rendement, tiges inclinées mais sans symptômes
EWRS 5	Amincissement, chlorose sévère et / ou taches anthocyanes; réduction du rendement attendue, tiges inclinées mais sans symptômes visibles
EWRS 6	Amincissement grave, chlorose et taches anthocyanes graves, taches de nécrose sur les feuilles et la tige
EWRS 7	Dommages importants pouvant atteindre 80%, feuilles sèches et des tiges nécrotiques
EWRS 8	Plante sèche totale, plante complètement morte

II.1.4. Analyse des données

Toutes les analyses statistiques et de la génétique quantitative ont été réalisées à l'aide de R v.3.5.3 (R Core Team, 2019).

Les différences entre le type d'habitat et la région ont été analysées en utilisant des modèles linéaires (LMM; pour la taille des graines, la taille finale, le poids sec final, RGR et l'évaluation phénologique) et des modèles linéaires généralisés à effets mixtes (GLMM; pour le taux de germination et le nombre de feuilles après 5 jours, suivant une distribution binomiale et une erreur de Poisson des résidus), respectivement. À partir du package *lme4* R utilisant le critère du maximum de vraisemblance pour estimer les paramètres du modèle (Bates et al., 2015). Le type d'habitat et la région imbriqués dans le type d'habitat ont été considérés comme des facteurs fixes, et la plante mère imbriqué dans les régions, qui à son tour a été imbriquée dans le type d'habitat comme facteur aléatoire. Le critère d'information Akaike et les valeurs-*P* des tests du Chi carré ont ensuite été utilisés pour étudier les meilleurs modèles et l'importance des facteurs fixes. Avant les analyses statistiques, l'indépendance des données à l'espace (l'autocorrélation spatiale) a été testée pour chaque variable mesurée à l'aide d'un test de Mantel du package *ade4* R (Dray & Dufour, 2007). Les résultats montrent l'absence d'autocorrélation spatiale pour chaque variable (**Annexe 2**), et ont ainsi validé les procédures statistiques décrites ci-dessus. Lorsqu'un effet régional significatif a été signalé, des tests de corrélation (c'est-à-dire le coefficient de corrélation du moment du produit de Pearson et le rho de Spearman) entre les caractères et les valeurs des coordonnées des deux premiers axes de PCA (**Figure 2B**) ont été effectués pour évaluer si la variation peut être expliquée par les conditions climatiques des populations.

Pour l'expérience de résistance aux herbicides, les différences entre le traitement et le type d'habitat ont été évaluées de manière similaire (LMM pour les symptômes de phytotoxicité et poids sec; GLMM pour la présence des bourgeons suivant une distribution binomiale des résidus). Le traitement et le type d'habitat ont été inclus comme facteurs fixes, tandis que la région et la plante mère, imbriqués dans des régions, qui à leur tour étaient imbriquées dans le type d'habitat, ont été considérées comme aléatoires. Le traitement de témoins, ne présentant que des plantes saines, a été retiré des analyses statistiques pour éviter une surreprésentation d'une catégorie.

La normalité des résidus des modèles et l'hétéroscédasticité des données sur tous les facteurs fixes ont été testées à l'aide des diagrammes Q-Q et des tests de Levene, respectivement. Les données ont été transformées par racine carrée et base logarithmique 10 lorsque cela était nécessaire pour s'adapter aux hypothèses d'utilisation des LMM.

La Q_{ST} est une mesure standardisée utilisée pour évaluer le degré de différenciation génétique entre les populations affiché par des traits quantitatifs (Lynch & Walsh, 1998). Dans cette étude, la différenciation des caractères quantitatifs entre le type d'habitat (Q_{ST} - Hab) et entre les régions au sein du type d'habitat (Q_{ST} - Reg) a été calculée comme suit: $Q_{ST} - Hab = \frac{\sigma_H^2}{\sigma_H^2 + \sigma_R^2 + 4\sigma_{MP}^2}$ et $Q_{ST} - Reg = \frac{\sigma_R^2}{\sigma_R^2 + 4\sigma_{MP}^2}$ où σ_H^2 est la variance génétique additive expliquée par le type d'habitat, σ_R^2 est l'additif la variance génétique expliquée par la région au sein du type d'habitat et σ_{MP}^2 est la variance génétique additive entre la plante mère au sein de la région. Comme les graines collectées sur une plante mère sont considérées comme des demi-sœurs, σ_{MP}^2 a été estimé à quatre fois la variance observée parmi les plantes mères. Les modèles LMM / GLMM, utilisés pour récupérer la composante de variance pour calculer $Q_{ST} - Hab$ et $Q_{ST} - Reg$, incluait le type d'habitat, les régions imbriquées dans le type d'habitat et les plantes mères imbriquées dans les régions, qui à leur tour étaient imbriquées dans le type d'habitat, en tant que facteurs aléatoires. Pour les LMM, les composantes de la variance génétique additive ont été calculées en utilisant le maximum de vraisemblance restreint (REML) du package *lme4R*. Pour les GLMM, nous avons utilisé le package *QGglmm* R, qui calcule des paramètres génétiques quantitatifs à partir des GLMM (de Villemereuil et al., 2016). Nous avons utilisé les résultats des modèles statistiques précédents pour évaluer la signification des valeurs de « Q_{ST} ».

En plus des métriques de la Q_{ST} , l'héritabilité au sens étroit (h^2), correspondant à la variation intra-population, a été calculée par population et pour chaque trait quantitatif comme $h^2 = \frac{\sigma_{MP}^2}{\sigma_{MP}^2 + \sigma_{res}^2}$, où σ_{MP}^2 est la variance génétique additive parmi les plantes mères et σ_{res}^2 est la variance résiduelle correspondant à la variation *intra*-mère. Nous avons ensuite testé la variance et l'égalité moyenne des valeurs de h^2 entre les populations C et N pour chaque caractère quantitatif et sur la moyenne, en utilisant les tests : *F*-test et Mann-Whitney, pour les comparaisons de variance et de moyenne, respectivement. Notez que les valeurs h^2 n'ont pas été calculées pour le taux de germination car cette variable est composée de données binomiales.

II.2. DEUXIEME PARTIE

Nous passons à la deuxième partie dont le but est de trouver des alternatives naturelles des herbicides.

II.2.1. Matériel végétal

Les graines de *S. arvensis*, *S. oleraceus*, *X. strumarium*, *C. campetris* et *O. crenata* et les bulbes de *C. rotundus* utilisées dans l'étude ont été collectés de la station expérimentale de l'ENSA. Les graines de *Avena fatua* L., ont été collectées dans un champ infesté par l'espèce à la région d'Ain Bessam- Bouira. Les parties aériennes de *T. fontanesii* et de *S. calamintha* ont été collectées de la wilaya de Médéa (Tablat : 84km sud-est d'Alger) ; de la wilaya de Chlef (forêt de Ténès : 264km à l'ouest d'Alger) et les feuilles de *E. citriodora* du jardin botanique de l'ENSA au stade floraison.

La variété (Vitron) du blé dur utilisé dans la présente étude est fournie par les services de la station de l'ITGC (Institut Technique des Grandes Cultures) d'Alger. Tout le matériel végétal utilisé dans ce chapitre d'étude a été collecté dans la même année 2016.

II.2.2. Extraction des huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Eucalyptus citriodora* et *Satureja calamintha*

L'extraction de l'huile essentielle a été réalisée comme suit :

- 1) séchage du matériel végétal à l'ombre aux conditions du laboratoire pendant 15 jours ;
- 2) découpage de la partie aérienne en petits fragments ;
- 3) dépôt de 200g de matériel végétal dans l'appareil d'extraction de type Clevenger pendant 2 heures (Kordali et al., 2015) ;
- 4) séchage des HEs après décantation, par l'ajout d'une quantité de sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4) ;
- 5) calcul du rendement en HE par rapport à la masse du végétal sèche (%) et conservation à 4°C à l'obscurité avant les essais (Kaur et al., 2010).

II.2.3. Étude de la composition chimique des huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme et chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

II.2.3.1. Analyse par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID)

Les analyses des HEs de *T. fontanesii*, de *S. calamintha* et de *E. citriodora* ont été réalisées en utilisant un système Hewlett-Packard 6890 GC-FID équipé d'une colonne capillaire de silice couplé avec une phase stationnaire apolaire HP5MS (film 30m × 0,25mm × 0,25µm épaisseur). Les conditions du GC étaient : [N2 comme gaz vecteur (0,5 ml/min); température de l'injecteur 250°C, mode d'injection (rapport de division 1 : 25) ; volume injecté (0,2µl); température du détecteur 250°C, programmation de la température de la colonne (60 ° C pendant 8 min, augmentation par 2°C/ min jusqu'à 250°C, isotherme pendant 20min)]. La détection d'ionisation de flamme a été effectuée à 320°C. Les pourcentages relatifs de composition des huiles ont été calculés par la méthode de normalisation à partir des zones de pic GC. Une valeur moyenne de trois injections est recalculée sans utiliser les facteurs de correction.

II.2.3.2. Analyse par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS)

L'analyse par GC-MS a été réalisée avec le système informatisé Hewlett-Packard comprenant un chromatographe en phase gazeuse 6890 couplé à un spectromètre de masse quadripolaire (modèle HP5973) équipé d'une colonne capillaire HP5 MS (5% de phényl-méthyl-siloxane, 30mm × 0,25mm, épaisseur de film de 0,25µm) ; l'hélium étant le gaz vecteur à un débit de 0,5ml/min ; volume injecté 0,2µl en mode split (1:25) à 250°C. Le programme de température du four est décrit ci-dessus pour l'analyse GC. Pour la détection, un mode d'ionisation avec impact d'ionisation électronique à 70eV sur une plage de balayage de 30-550unités de masse atomique a été utilisé.

II.2.3.3. Identification des composants

L'identification des composés a été réalisée par comparaison de leurs indices de rétentions en programmation de température et aux étalons injectés dans les mêmes conditions (Adams, 2007 ; Babushok et al., 2011). Pour le calcul de ces indices, un mélange d'alcane ($C_6 - C_{20}$) est injecté dans les mêmes conditions opératoires que l'échantillon. Le calcul de l'indice de rétention est effectué par l'équation suivante :

$$IR = 100z + 100n \frac{t_{RC} - t_{Rz}}{t_{Rz+n} - t_{Rz}}$$

t_{Rc} : temps de rétention du composé étudié ;

t_{Rz} : temps de rétention de l'alcane à z atomes de carbones qui précède le composé étudié ;

t_{Rz+n} : temps de rétention de l'alcane à $z+n$ atomes de carbones qui suit le composé.

n : différence des nombres d'atomes de carbone.

II.2.4. Préparation des mélanges des huiles essentielles pour les bio-essais

Pour les bio-essais *in vitro*, les mélanges des huiles utilisées ont été préparés comme suit :

- 1) mélange de 10, 20 et 30 μ L de l'HE de chaque espèce avec 100ml d'EDS (pour l'obtention des concentrations 0.01%, 0.02% et 0.03%, respectivement) ;
- 2) ajout de Tween-20 dans le mélange à une concentration de 0,02% comme émulsifiant ;
- 3) conservation du mélange à 4°C à l'obscurité (Kaur et al., 2010 ; Mutlu et al., 2011).

Pour les bio-essais en conditions de serre et en plein champ, celles utilisées sont comme suit :

- 1) mélange de 1, 2 et 3 ml de l'huile essentielle de chaque espèce avec 100ml d'EDS (pour l'obtention des concentrations 1%, 2% et 3%, respectivement) ;
- 2) les mêmes étapes de préparation des mélanges comme cité au-dessus ont été réalisées.

II.2.5. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Eucalyptus citriodora* et *Satureja calamintha*, à l'égard des adventices, des phanérogames parasites et de blé dur (*Triticum durum*)

II.2.5.1. Désinfection des graines et des bulbes

Nous avons procédé à la stérilisation des graines *S. arvensis*, *S. oleraceus*, *X. strumarium*, *C. campestris* et *O. crenata* et des bulbes *C. rotundus* pour éviter toute inhibition de germination causée par les toxines des champignons ou des bactéries (Mancini et al., 2009 ; Mutlu et al., 2010). Le matériel végétal a été désinfecté comme suit :

- 1) trempage dans l'hypochlorite de sodium à 2° pendant 5 minutes ;
- 2) rinçages (3 fois) avec de l'EDS pendant 5 min, 3) séchage sur papier absorbant stérile.

II.2.5.2. Levée de la dormance de *Sinapis arvensis*

Pour lever la dormance endogène des graines de *S. arvensis*, l'acide gibbérellique (GA3) a été utilisé pour briser cette dormance. La lever de la dormance des graines de *S. arvensis* s'est fait comme suit :

- 1) préparation de la solution de GA3 par l'ajout de 25mg de GA3 dans 100ml de l'eau dé-ionisée (Luzuriaga et al., 2005). La solution de GA3 remplace l'EDS pour le test de germination ;
- 2) la préparation des mélanges huileux, le test de germination ainsi que les conditions de test sont mentionné en-dessous.

II.2.5.3. Levée de la dormance tégumentaire de *Cuscuta campestris*

Afin de lever la dormance tégumentaire des graines de *C. campestris*, les étapes suivantes ont été suivies :

- 1) trempage des graines de la cuscute dans l'acide sulfurique (H_2SO_4) concentré pur avec agitation pendant 15min à l'aide d'un agitateur magnétique ;
- 2) filtration à travers une grille métallique ;
- 3) rinçage des graines traitées abondamment à l'EDS pour éliminer les débris des téguments ;
- 4) séchage dans du papier filtre stérile ;
- 5) conservation des graines dans des tubes Eppendorf® stériles dans les conditions du laboratoire.

II.2.5.4. Désinfection et pré-conditionnement des graines d'*Orobanche crenata*

Les graines d'orobanche ont subi une double désinfection avant leur utilisation comme suit:

- 1) trempage des graines dans l'éthanol à 70% pendant 30s à 1min avec agitation sur agitateur magnétique ;
- 2) rinçages avec de l'EDS ;
- 3) trempage des graines dans l'hypochlorite de sodium à 2% avec agitation pendant 20 min ;
- 4) rinçage avec l'EDS ;
- 5) séchage des graines dans du papier filtre stérile ;

-6) conservation dans des tubes Eppendorf® stériles dans les conditions de laboratoire. Pour le pré-conditionnement, les graines ont été transférées dans des boîtes de pétri (Ø= 9 cm) sur du papier filtre stérile humidifié avec l'EDS.

Les boîtes ont été placées par la suite dans un incubateur à 22°C pendant 10 jours.

II.2.5.5. Préparation du GR24, pour stimuler la germination d'*Orobonche crenata*

La germination des graines de ce parasite nécessite la présence de GR24 qui est un stimulateur synthétique qui remplace les exsudats racinaires des plantes hôtes. La préparation du GR24 s'est faite comme suit :

- 1) pesage de 0,1mg de la poudre de GR24 ;
- 2) ajout de 1ml d'acétone à la poudre de GR24 ;
- 3) versement du mélange poudre de GR24-acétone dans un flacon contenant 99ml d'EDS ;
- 4) filtration de la solution du GR24 à travers un filtre millipore stérile de 0,22µm. La solution de GR24 remplace l'EDS pour le test de germination.

II.2.5.6. Bio-essais *in vitro*

II.2.5.6.1. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles sur la germination et la longueur des plantules et racines des adventices et tube germinatif des plantes parasites

L'évaluation de l'effet allélopathique négatif des huiles essentielles étudiées à l'égard des graines d'adventices et de phanérogames parasites étudiées a été réalisée comme suit :

- 1) distribution des graines désinfectées de *S. arvensis*, *A. fatua*, *S. oleraceus*, *X. strumarium*, *C. campestris* et *O. crenata* et les bulbés de *C. rotundus* dans des boîtes de Pétri stériles contenant deux couches de papier filtre stérile ;
- 2) traitement des boîtes de Pétri par les mélanges des huiles essentielles des trois concentrations 0,01%, 0,02% et 0,03 (selon la taille des graines ou bulbés, leurs nombre et le volume de traitement se diffère (**Tableau 6**) ;
- 3) traitement des boîtes des témoins par EDS et EDS contient 0,02% de Tween-20 ;
- 4) fermeture des boîtes par un Parafilm® ;
- 5) incubation des boîtes à une T° adéquate pour chaque espèce (**Tableau 6**) suivant le bloc aléatoire avec six répétitions ;

-6) mesure de l'inhibition de germination et la longueur (racines et plantules pour les adventices et tube germinatif pour les plantes parasites) des graines germées après 7 jours. Le pourcentage d'inhibition de germination, est calculé par l'équation suivante : $\% \text{ IG} = \frac{C-T}{C} \times 100$, d'où %IG : pourcentage d'inhibition de germination, C : le nombre des graines germées chez témoin et T : le nombre des graines germées chez le traitement (Mutlu et al., 2011).

Tableau 6. Conditions de germination des adventices et des plantes parasites étudiées.

Espèce	Ø de boîte Pétri (cm)	Nombre de graines ou bulbes par boîte	Volume de traitement (ml)	T° ± 2°C d'incubation (à l'obscurité)
<i>S. arvensis</i>	4	25	2	25°C
<i>S. oleraceus</i>	4	50	2	25
<i>A. fatua</i>	9	25	4	25
<i>X. strumarium</i>	9	10	4	29
<i>C. rotundus</i>	20	20	10	30
<i>C. campestris</i>	4	50	2	20
<i>O. crenata</i>	4	/ ^a	2	20

^a : Le nombre se change d'une boîte à l'autre à cause de la taille très réduite des graines (en ordre de µm).

II.2.5.7. Bio-essais *in vivo*

II.2.4.7.1. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles sur l'état sanitaire des plantes adventices et du blé dur

En Algérie, les produits céréaliers occupent une place stratégique dans le système alimentaire et dans l'économie nationale (Djermoun, 2009) et vu que le blé dur et leurs dérivés constituent l'épine dorsale du système alimentaire algérien une étude de la phytotoxicité des HEs étudiées vis à vis le blé dur en conditions contrôlés est pré-requis avant d'entamer le test en plein champ. Les plantes de blé au stade tallage ont subi les mêmes traitements que les adventices étudiées. Les graines des quatre adventices et du blé dur et les bulbes de *C. rotundus* ont subi une pré-germination dans des boites de pétri pour l'obtention des plantules. Le déroulement de l'expérience était comme suit :

-1) repiquage de 2 plantules dans des pots de 8cm de Ø et 8cm de haut et de 14cm de Ø et 12cm de haut remplis de 230g et de 420g d'un mélange (sol : terreau, 3 : 1) pour les adventices et le blé dur, respectivement ;

- 2) dépôt des pots dans les conditions de serre (photopériode : 12h/12h, T° : 27 ± 2°C, H_R %: 72 ± 2%) ;
- 3) irrigation des pots avec l'eau de robinet au besoin ;
- 4) pulvérisation de la partie aérienne des plantes par 2ml de l'émulsion HE (avec les concentrations 1, 2 et 3%) au stade 3-4 feuilles en utilisant un atomiseur en verre ;
- 5) disposition des pots dans des blocs complètement aléatoire avec six répétitions ;
- 6) évaluation des symptômes de phytotoxicité (flétrissement, chlorose, nécrose et dessiccation) apparus sur les plantes du 1^{er} au 6^{ème} jours après le traitement par estimation de pourcentage d'attaque sur le plant traité en utilisant l'échelle de phytotoxicité (**Tableau 7**) pour les évaluations visuelles de la phytotoxicité (Ambarish et al., 2017) ;
- 7) prélèvement des feuilles des plantes traitées six jours après le traitement pour l'évaluation de l'effet des HE sur l'appareil photosynthétique et la perméabilité membranaire des cellules, comme indiqué ci-dessous.

Tableau 7. Échelle de phytotoxicité utilisée pour les évaluations visuelles de la phytotoxicité.

Evaluation	Phytotoxicité %
0	Aucune phytotoxicité
1	1-10
2	11-20
3	21-30
4	31-40
5	41-50
6	51-60
7	61-70
8	71-80
9	81-90
10	91-100

II.2.5.7.1.1. Estimation de la teneur en chlorophylle

L'évaluation du taux de dégradation de la chlorophylle des feuilles des adventices et de blé dur est effectuée selon les étapes suivantes :

- 1) pesage de 0.1g de tissu foliaire des plantes traitées ;
- 2) macération de tissu de feuilles dans un mortier avec 2ml d'acétone à 80% ;

- 4) ajustement des extraits de chlorophylle jusqu'à un volume final de 10ml d'acétone suivant par une centrifugation ;
- 5) transfère des extraits de chlorophylle dans des cuvettes et lectures de ces derniers au spectrophotomètre à 646 et à 663nm (Tait & Hik, 2003) ;
- 6) calcule des concentrations de chlorophylle ($\mu\text{g/ml}$) en utilisant l'équation de Wellburn (1994) :

$$\text{Chl } a = 12,21 \text{ DO } 663 - 2,81 \text{ DO } 6476$$

$$\text{Chl } b = 20,13 \text{ DO } 646 - 5,03 \text{ DO } 663$$

$$\text{Chl } T = \text{Chl } a + \text{Chl } b$$
- 7) expression de poids frais en poids sec comme suggéré par Rani & Kohli (1991) en utilisant l'équation de Paul et al. (2017) : $\mu\text{g/g Poids Sec} = \frac{\mu\text{g/ml} \times \text{Volume Finale (ml)}}{\text{Poids Frais de Tissu (mg)}}$

II.2.5.7.1.2. Estimation de la conductivité membranaire

La conductivité membranaire des cellules des plantes traitées et non traitées par les mélanges huileux a été mesuré pour évaluer l'intégrité de la membrane plasmique et l'effet des trois HEs sur la conductivité membranaire des plantes testées. L'essai a été réalisé comme suit :

- 1) coupe de 5 disques des feuilles des plantes traitées ($\varnothing=10\text{mm}$) à l'aide d'un emporte pièces ;
- 2) émergence des tissus dans des tubes contenant 50 ml d'eau distillée pendant 30min et mesure de la conductivité de milieu (C1) avec un conductimètre (Cond 7110 SET 1) ;
- 3) bouillage des tubes pendant 15 minutes et mesure de la conductivité de milieu une deuxième fois (C2) ;
- 4) calcule de REL (perte d'électrolyte relative) en utilisant la formule suivante (Kaur et al., 2010): $\text{REL}\% = \frac{C1}{C2} \times 100$.

II.2.5.8. Bio-essai *in situ*

II.2.5.8.1. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles à l'égard des adventices de blé dur à la présence de la culture

L'évaluation du potentiel allélopathique négative des HEs de *T. fontanesii*, *S. calamintha* et *E. citriodora* a été réalisé en deux ans successifs (2016/2017 et 2017/2018) sur la même parcelle (A) du sol limoneux (**Annexe 7**) dans la station expérimentale de l'ENSA.

Les deux essais ont été réalisés en 6 blocs aléatoires complets. L'essai a été réalisé sur une parcelle ayant une superficie de 148.75m² dont le précédent cultural de cette dernière est le pois fourrager. La réalisation de l'essai était comme suit :

- 1) travail du sol, qui consiste en labour moyen avec une charrue à soc suivie d'une façon superficielle à l'aide d'un cover-crop et préparation du lit de semence en utilisant une herse ;
 - 2) délimitation de la parcelle et les micro-parcelles d'essai de 1m² (1×1m) espacées de 0.25m² (0.5×0.5m) (**Figure 4**) ;
 - 3) semi manuel du blé dur (16g /m²) dans les 72 micro-parcelles (pour les 12 traitements inclus le témoin positif et deux témoins négatifs) en 5 lignes de semi séparée l'une de l'autre par 25 cm le 03 décembre (2016 et 2017) ;
 - 3) fertilisation du sol par l'engrais N, P, K (15, 15, 15) au fin du semi (30 g/ m²) ;
 - 4) traitement des adventices en stade tallage de blé dur (à ce stade, les adventives avaient un stade allant de 1 à 4 vrais feuilles) (**Figure 5**) par les 3 concentrations (1, 2 et 3%) des HEs de *T. fontanesii*, *S. calamintha* et *E. citriodora*, par deux herbicides chimiques anti-dicotylédones et anti-monocotylédones: Mustang® 360 SE (0.6l/ha) et ACOPIE 240 EC (0.25l/ha), respectivement (témoin positif) par EDS et EDS contient 0,02% de Tween-20 (témoins négatifs) après une fertilisation azotée (30g/ m²) ;
 - 5) désherbage manuel entre les micro-parcelles au stade montaison de la culture et un programme de protection contre les autres déprédateurs (champignons et insectes), ont été effectué pour des meilleurs résultats ;
 - 6) évaluation visuelle de recouvrement des adventices totales (Pannacci et al., 2017) à l'aide de l'échelle d'abondance-dominance de Braun – Blanquet au fin tallage du blé (**Tableau 8**) dans chaque traitement au stade montaison de blé dur ;
 - 7) identification et dénombrement des espèces adventices poussées dans chaque micro-parcelle, afin d'évaluer l'effet des HEs et leurs concentrations sur la richesse spécifique des adventices en utilisant l'indice de diversité de Shannon-Weaver (H')
- $$H' = - \sum_{i=1}^S \left(\frac{n_i}{N} \right) \ln \left(\frac{n_i}{N} \right).$$
- Où : n_i -le nombre d'individus d'une espèce dans la micro-parcelle, N -le nombre total d'individus de toutes les espèces dans la micro-parcelle, S -le nombre total d'espèces. L'indice de Shannon-Weaver est minimal (H'=0) si tous les individus du peuplement appartiennent à une seule et même espèce, H' est également minimal si, dans un peuplement chaque espèce est représentée par un seul

individu, excepté une espèce qui est représentée par tous les individus du peuplement. L'Indice de Shannon- Weaver (H') est maximal quand tous les individus sont répartis d'une façon égale sur toutes les espèces (Izquierdo et al., 2009 ; Miderho et al., 2017) ;

- 8) moisson manuelle et battage après maturité et dessèchement complet des épis et évaluation du rendement dans chaque micro-parcelle ;
- 9) prélèvement et pesage de 1000 graines de chaque traitement.

Tableau 8. Échelle mixte d'abondance-dominance de Braun-Blanquet (Van Der Maarel, 1979).

Classe	Recouvrement (%)
r	Individus très rares et leur recouvrement est négligeable
+	Individus rares et recouvrement très faible < 1%
1	Individus peu ou assez abondant, mais recouvrement faible < 5%
2	Individus abondants ou très abondants 6 à 25%
3	Nombre d'individus quelconque, recouvrement de 26 à 50%
4	Nombre d'individus quelconque, recouvrant de 51 à 75%
5	Nombre d'individus quelconque, recouvrant > 75%



Figure 4. Vue de dispositif expérimental de bio-essai *in situ*.



Figure 5. Traitement de blé dur au stade tallage avec les trois concentrations des huiles essentielles de *T. fontanesii*, *S. calamintha* et *E. citriodora*, les deux herbicides Mustang® 360 SE et ACOPIE 240 EC (témoin positif) et l'EDS et EDS contient 0,02% de Tween-20 (témoins négatifs).

II.2.6. Évaluation du pouvoir allélopathique négatif de la poudre de la partie aérienne de *Thymus fontanesii* et *Satureja calamintha* et les feuilles d'*Eucalyptus citriodora* à l'égard de l'émergence des adventives *in situ* (sol non cultivé)

II.2.6.1. Préparation de la poudre des plantes

La préparation de la poudre pour l'enfouissement s'est faite comme suit :

- 1) séchage de la partie aérienne des deux labiées et feuilles d'eucalyptus à l'ombre en conditions de laboratoire pendant 15 jours ;
- 2) découpage de matériel végétal en petites fractions ;
- 3) broyage des fragments de chaque espèce à l'aide d'un broyeur électrique jusqu'à l'obtention d'une poudre ;
- 4) préparation de trois doses de la poudre pour chaque espèce (1, 2 et 4t ha⁻¹).

II.2.6.2. Bio-essai

L'étude a été réalisée selon le protocole de Batish et al. (2007) en mois de mars 2016 à la station expérimentale de l'ENSA dans une parcelle (B) du sol limoneux (**Annexe 7**) dans la station expérimentale de l'ENSA. L'essai a été réalisé en 5 blocs aléatoires complets sur une parcelle ayant une superficie de 42.75m² dont le précédent cultural de cette dernière est l'orge. L'essai était comme suit :

- 1) travail du sol avec une charrue à soc suivie d'une façon superficielle à l'aide d'un cover-crop ;
- 2) délimitation de la parcelle et les micro-parcelles d'essai de 0.25 m² (0.5×0.5m) espacées de 0.25m² (0.5×0.5m) ;
- 3) enfouissement des 3 doses (1, 2 et 4t ha⁻¹) de chaque espèce dans le sol à l'aide d'une binette ;
- 4) irrigation de chaque micro-parcelle pour faciliter la diffusion des composants allélopathiques dans le sol ainsi que les micro-parcelles témoins (sans poudre) ;
- 5) identification et comptage de nombre d'adventices poussées dans chaque traitement un mois après l'enfouissement ;
- 6) récolte et séchage des adventices (dans une étuve à 70°C pendant 3 jours) de chaque traitement pour l'évaluation de leurs poids sec.

II.2.7. Statistiques

L'étude a été menée selon une randomisation totale (6 répétitions pour chaque traitement et chaque test répété deux fois dans le temps) bi-factorielle. Le traitement des données a été réalisé par le logiciel «STATISTICA, version 8,5, année 2014». Les données ont été soumises à l'analyse de la variance (ANOVA) et les différences entre les moyennes ont été définies selon le test de HSD de Tukey au seuil de 5%.

RÉSULTATS

III. RÉSULTATS

III.1. PREMIERE PARTIE

III.1.1. Phénologie de *Sinapis arvensis* dans la culture de blé dur (*Triticum durum*)

L'étude de la phénologie de la moutarde des champs dans le champ du blé dur a montré une variation significative entre la croissance des deux espèces (**Figure 6**). Le développement des feuilles de la moutarde des champs a été plus avancé que celui de blé, où l'émergence de ce dernier n'a été notée qu'à la troisième semaine contrairement à la moutarde. Au stade tallage de blé (5, 6 et 7^{ème} semaine après le semi) l'adventice a atteint un stade plus avancé (apparition des boutons floraux). À la maturité des siliques de l'adventice (15^{ème} semaine), la floraison des épis de blé dur a été marquée à ce stade. La sénescence de la moutarde été 6 semaines plus avancée que celle de blé dur.

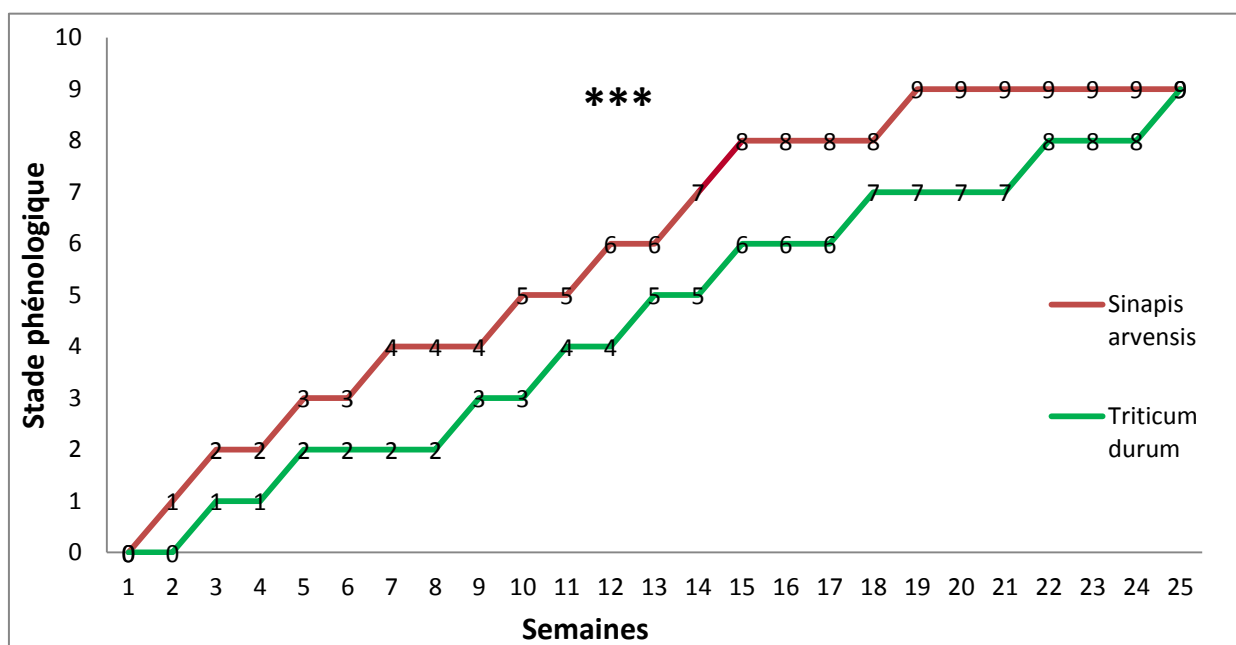


Figure 6. Présentation graphique des stades phénologiques de *Sinapis arvensis* et *Triticum durum* noté chaque semaine d'après l'échelle de BBCH. *** : valeur de $P < 0.001$.

III.1.2. Performance des plantes en caractères quantitatifs génétiques (étude I)

III.1.2.1. Variation entre les types d'habitat

Les modèles LMM / GLMM calculés sur les caractères phénotypiques et sur les stades phénologiques n'ont montré aucune différence significative entre les deux types d'habitat, excepté pour le poids sec (**Annexe 3 ; Tableau 9**), pour lesquels les populations d'habitat C affichent des valeurs significativement plus élevées que celles de l'habitat N (**Figure 7**).

Tableau 9. Estimation de la variation des traits génétiques quantitatifs entre les deux types d'habitat (Q_{ST} - Hab), et entre les régions au sein des types d'habitat (Q_{ST} - Reg) pour chaque trait phénotypique et phénologique mesuré. Les composantes de variance des modèles hiérarchiques calculés sont indiquées : V_i (variation totale observée), V_{Hab} (variance entre les types d'habitat), V_{Reg} (variance entre les régions au sein des types d'habitat), V_{MP} (quadruple de la variance entre les plantes mères au sein des régions au sein des types d'habitat), V_{res} (variance résiduelle). Les valeurs significatives (valeur $P < 0.001$) dans les colonnes Q_{ST} - Hab et Q_{ST} - Reg sont indiquées en gras (voir l'Annexe 3 pour les résultats des modèles).

Traits	V_i	V_{Hab}	V_{Reg}	V_{MP}	V_{res}	Q_{ST} - Hab	Q_{ST} - Reg
Taux de germination (%)	0.1803	0.0000	0.0138	0.1437	0.1306	0.000	0.088
Taille des grains (mm)	0.0463	0.0000	0.0083	0.1169	0.0088	0.000	0.066
Nombre de feuilles	0.1850	0.0000	0.0232	0.2116	0.1089	0.000	0.099
Taille finale (cm)	0.0168	0.0000	0.0012	0.0117	0.0127	0.000	0.091
Poids sec (g)	0.0558	0.0074	0.0013	0.0392	0.0373	0.154	0.026
RGR	0.9895	0.0000	0.1593	1.2038	0.5293	0.000	0.117
Stade phénologique	0.3749	0.0000	0.1634	0.4617	0.0961	0.000	0.261

RGR: Taux relative de croissance

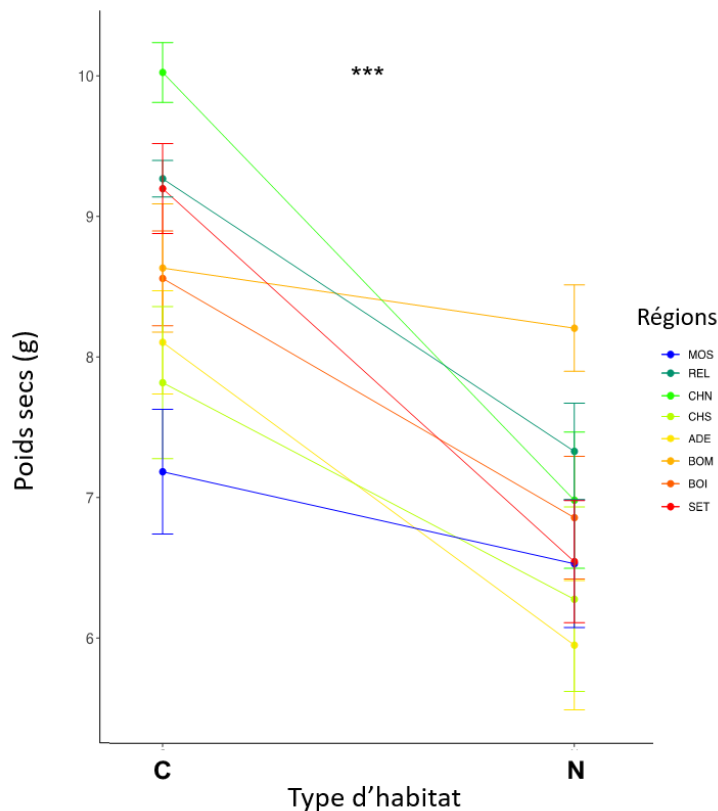


Figure 7. Différenciation en poids sec entre les populations de champ de blé (C) et le site adjacent non cultivé (N). ***: valeur de $P < 0.001$ (voir Annexe 3 pour les résultats du modèle). Les barres d'erreur correspondent aux moyennes des erreurs standards.

Cette tendance a été confirmée par les estimations de $Q_{ST} - Hab$ (**Tableau 9**), qui atteignent une valeur de 0.154 pour le poids sec, tandis que tous les autres caractères quantitatifs affichent une valeur de 0.

III.1.2.2. Variations entre les régions

Contrairement aux types d'habitat, les modèles LMM / GLMM ont révélé des effets régionaux très significatifs dans le type d'habitat pour 4 des 7 caractères enregistrés et pour 5 des 7 en ignorant le facteur type d'habitat (taux de germination, la taille des graines, taille finale, RGR et stades phénologiques) (**Annexe 3**). Pour ces variables, les estimations de la $Q_{ST} - Reg$ est relativement faibles, allant de 0.066 pour la taille des graines à 0.261 pour la phénologie. Parmi les cinq traits montrant un effet régional significatif, quatre étaient significativement corrélés avec PC1 (**Figure 8, Annexe 4A**), séparant les sites de l'Ouest avec des précipitations plus élevées et des températures plus basses (par exemple REL et CHN) des sites de l'Est avec des températures plus élevées et des précipitations plus faibles (par exemple ADE et BOI) (**Figure 2B**). De même, les graines de *S. arvensis* sont plus petites dans les populations des régions d'Ouest que dans les populations des régions d'Est, et les plantes des populations Ouest ont une croissance plus avancée que les populations des régions d'Est (**Figure 8**). Ces tendances diffèrent cependant selon les types d'habitats. Par exemple, le taux de germination des populations N était plus élevé dans les régions d'Est que dans les régions d'Ouest, alors qu'aucune corrélation n'a été observée pour les populations C, et une tendance inverse a été observée pour le RGR. Le deuxième axe (PC2) différencie les deux sites SET avec la plage de températures annuelle la plus élevée et la plus faible saisonnalité des précipitations par rapport aux autres sites. Cette constatation pourrait s'expliquer par l'élévation plus haute (l'altitude) des sites SET (**Annexe 1**). Cependant, aucun des traits étudiés n'était corrélé avec PC2 (**Annexe 4B**).

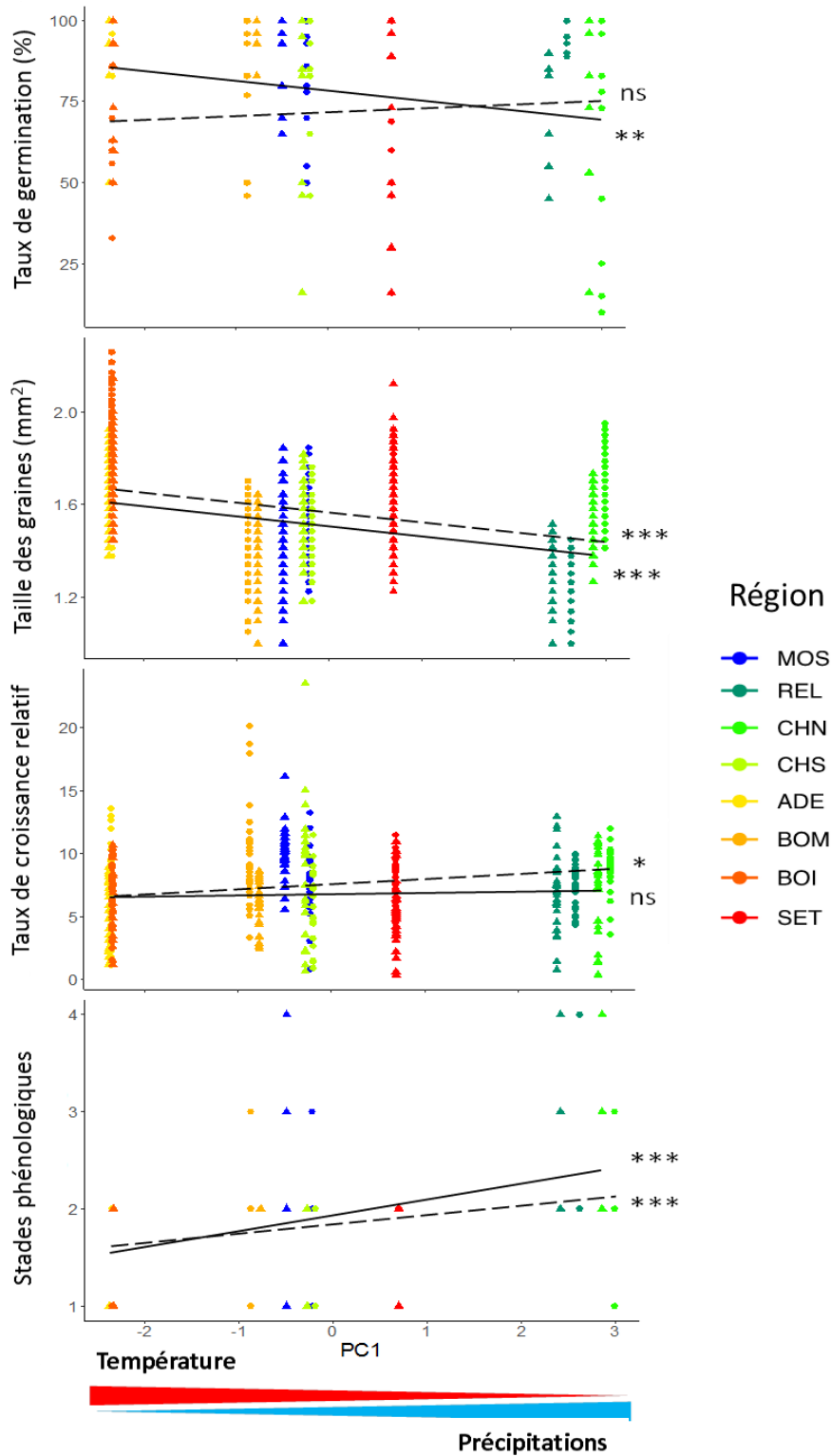


Figure 8. Divergence des caractères phénotypiques et phénologiques des populations de *Sinapis arvensis* pour les populations C (points; lignes pointillées) et N (triangles; lignes pleines), le long des gradients de température et de précipitations (PC1). Seules les corrélations significatives entre PC1 et les caractères sont données (voir le Annexe 4 pour les résultats des tests de corrélation pour PC1 et PC2; aucune corrélation significative n'a été trouvée avec PC2), ***: valeur $p < 0,001$, **: valeur $p < 0,01$, *: Valeur $p < 0,05$, ns: non significatif). Les couleurs correspondent aux huit régions illustrées dans la figure 2.

III.1.2.3. Variation dans la population

Les valeurs moyennes de l'héritabilité au sens étroit h^2 des traits varient de 0.28 ± 0.08 (SD) à 0.71 ± 0.19 pour les populations d'habitat C et de 0.40 ± 0.15 à 0.63 ± 0.22 pour les populations d'habitat N (**Figure 9**, **Annexe 5A**). Bien qu'une tendance montrant des moyennes h^2 plus élevées pour les populations C comparées aux populations N (**Figure 9**), le test de Mann-Whitney est marginal non significatif (**Annexe 5B**). En outre, le test F d'égalité de variance ne révèle aucune différence significative entre les populations C et N. Les mêmes résultats ont été observés pour chaque trait phénotypique et phénologique testé séparément (**Annexe 4**).

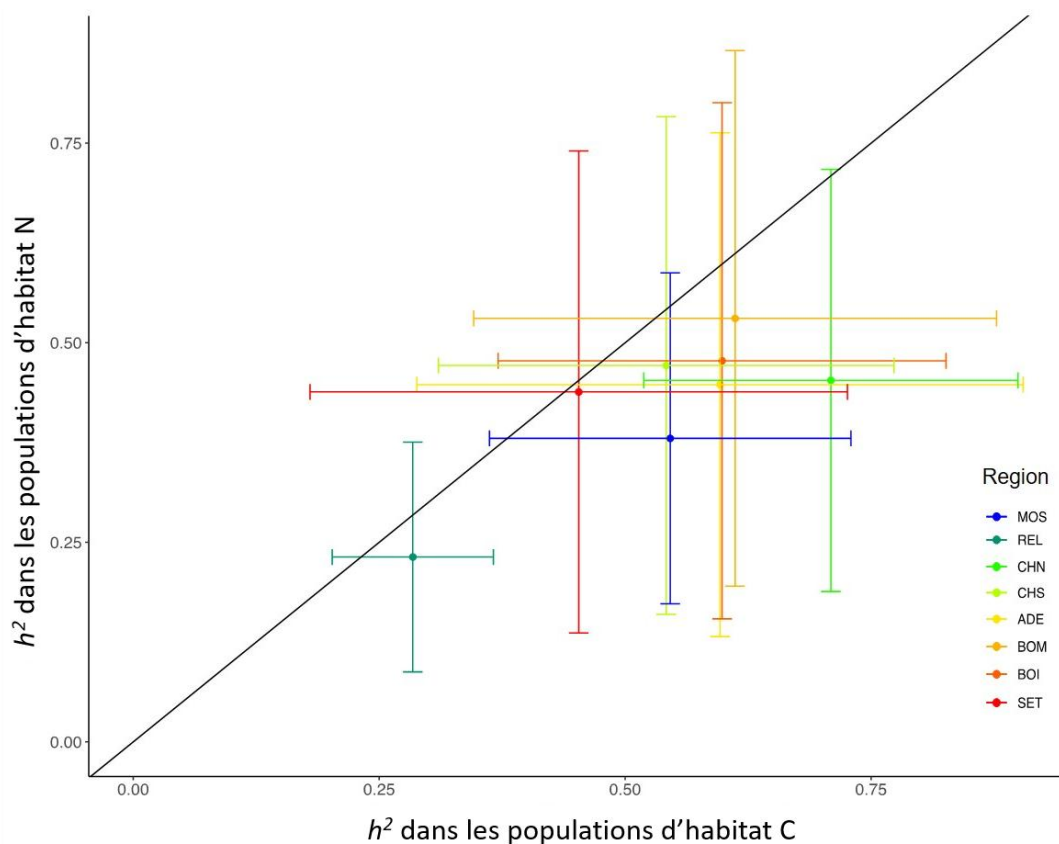


Figure 9. Relation entre les estimations de l'héritabilité moyenne par rapport aux caractères quantitatifs dans les populations d'habitat C et d'habitat N. La ligne continue correspond à l'égalité des valeurs d'héritabilité entre les populations des deux types d'habitats ($y = x$). Les barres d'erreur correspondent aux moyennes de l'erreur standard.

III.1.3. Niveau de résistance de *Sinapis arvensis* à l'herbicide inhibiteur d'ALS (étude II)

L'étude de la résistance à l'herbicide ne montre aucun biotype résistant dans les populations des deux habitats (C et N) quelles que soient les régions (100% des plantes sont mortes après 6 semaines après la pulvérisation du traitement, **Figure 10A**). En ce qui concerne les différents paramètres enregistrés (évaluation de la phytotoxicité après 2 et 4 semaines, poids sec et présence de nouveaux bourgeons), aucun effet significatif des types d'habitat n'est observé (**Figure 10B, Annexe 6**). Cependant, l'effet des deux herbicides est significativement différent (**Annexe 6**): deux semaines après la pulvérisation, les symptômes de phytotoxicité de l'herbicide Mustang®360 SE revèle plus avancés que ceux du Sekator® OD. Par conséquent, l'herbicide Mustang®360 SE montre une efficacité sur la mortalité des plantes, 4 semaines après la pulvérisation. De plus, Mustang®360 SE affecte significativement le poids sec des plantes où un faible poids est enregistré (**Figure 10B**) et moins de nouveaux bourgeons sont marqués par rapport à l'herbicide Sekator® OD (sur les 480 plantes observées, 19% et 33% d'entre elles présentent de nouveaux bourgeons avec Mustang® 360 SE et Sekator® OD, respectivement).

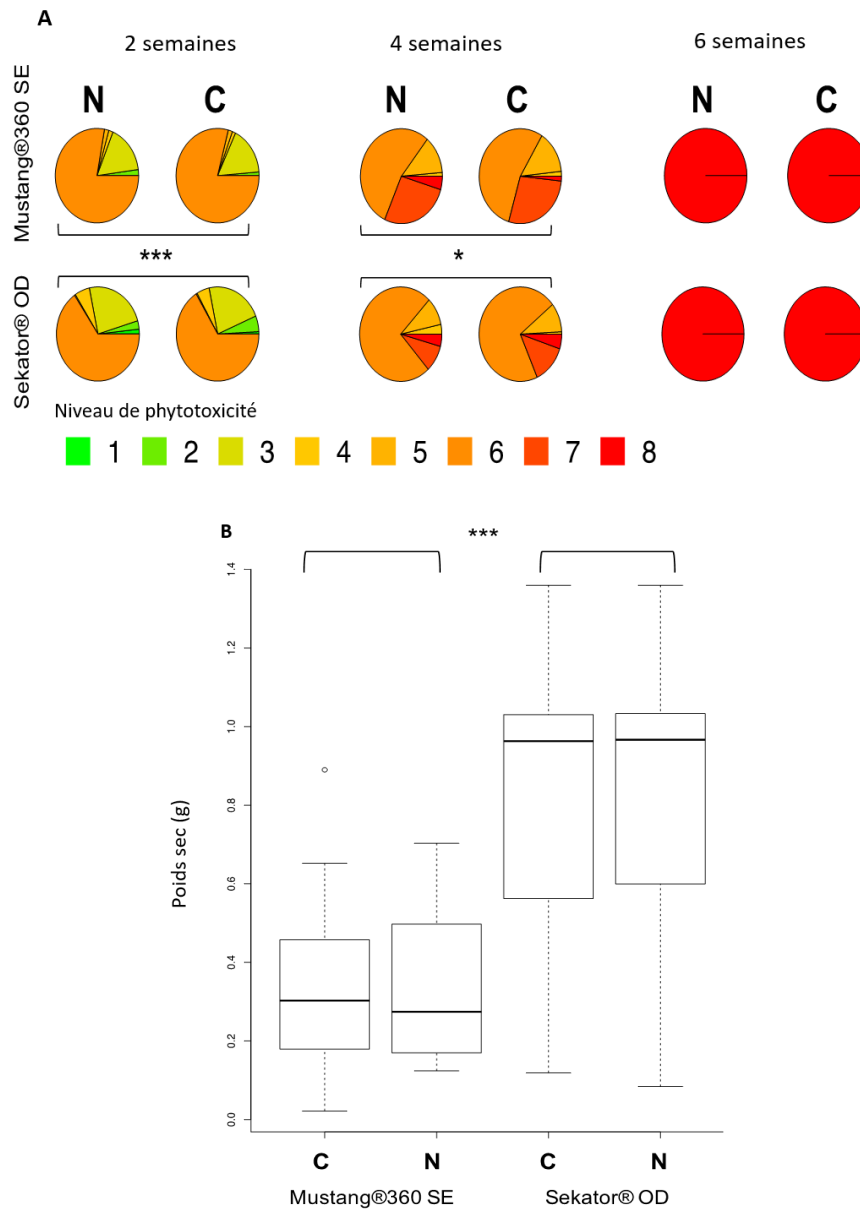


Figure 10. A) Symptômes de phytotoxicité des deux herbicides sur les populations de *Sinapis arvensis* provenant d'habitats C et N, 2, 4 et 6 semaines après le traitement. Les nombres de 1 à 8 indiquent les classes de phytotoxicité selon l'échelle EWRS (Tableau 3), B) Effet des deux herbicides sur le poids sec (g), 6 semaines après la pulvérisation. *: Valeur $P < 0.05$, ***: valeur $P < 0.001$ (voir Annexe 6 pour les résultats des modèles).

III.2. DEUXIEME PARTIE

III.2.1. Détermination de la composition chimique des huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* et *Eucalyptus citriodora* par GC-FID et GC-MS

Les parties aériennes séchées de *T. fontanesii* et *S. calamintha* et les feuilles d'*E. citriodora* ont donné des huiles essentielles de couleur jaunes rouge, jaune pâle et jaune avec un rendement de 3.8%, 2.2% et 3.4% par rapport à la masse végétale, respectivement. Les résultats des analyses par GC-FID et GC-MS des huiles essentielles sont configurés sous forme de chromatogramme de *T. fontanesii* (**Annexe 8**), *S. calamintha* (**Annexe 9**) et *Eucalyptus citriodora* (**Annexe 10**). Les analyses révèlent 47 composés dans l'HE de *T. fontanesii* représentant plus de 98.2% de l'huile dont les principaux composants sont le carvacrol (52.1%) le thymol (13.3%) le p-cymène (12.2 %) et γ -terpinène (8.1%). D'autre part, 70 composés ont été identifiés dans l'HE de *S. calamintha* représentant plus de 97.4% de l'huile où le 1.8-cinéole (28.4%), pulegone (10.2%), menthone (9.7%) et l'isomenthone (9.6%) étaient les principaux constituants (**Tableau 10**). Respectivement, les HE de *T. fontanesii* et *S. calamintha* étaient caractérisées par des quantités élevées de monoterpènes oxygénés 67.4% et 71.5% (**Figures 11, 12 et 13**) où le carvacrol (**Figure 11A**) et le 1.8-cinéole (**Figure 11C**) avaient les pourcentages les plus élevés. L'analyse de *E. citriodora* a révélé 31 composés représentant plus de 87.4% de l'huile. Les monoterpènes oxygénés ont présenté la contribution la plus élevée (81.3%) (**Figure 14**) parmi lesquels le citronellal (**Figure 11D**) était le composé le plus abondant (64.7%) suivi du citronellol (10.9%) des constituants totaux (**Tableau 10**).

III.2.2. Bio-essais *in vitro*

III.2.1. Effet des trois huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* et *Eucalyptus citriodora* sur la germination et la longueur des plantules et racines des adventices et tube germinatif des plantes parasites

III.2.2.1.1. Germination

L'HE de *T. fontanesii* a montré un large spectre herbicide pour la germination des graines ou bulbes des espèces étudiées. Les taux d'inhibition de la germination augmentent notablement avec l'augmentation des concentrations de l'huile.

Tableau 10. Composition chimique des huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* et *Eucalyptus citriodora*.

N°	Composants	Indice de rétention	<i>T. fontanesii</i>	<i>S. calamintha</i>	<i>E. citriodora</i>	Identification
1	2-Éthylfurane	704	-	t	-	RI-MS
2	2, 5-Diéthyl tétrahydrofurane	727	-	t	-	RI-MS
3	Butanoate de butyle	801	-	-	t	RI-MS
4	Acide butanoïque. 2-méthyl-	863	t	-	-	RI-MS
5	3-heptanone	886	t	-	-	RI-MS
6	Tricyclène	925	-	t	-	RI-MS-coGC
7	α -Thujène	930	0.3	0.2	t	RI-MS
8	α -Pinène	937	1.6	2.3	0.6	RI-MS-coGC
9	Camphène	951	0.1	0.1	t	RI-MS-coGC
10	Thuja-2.4 (10) -diène	957	-	t	-	RI-MS
11	Verbenène	965	t	-	-	RI-MS
12	Sabinène	973	t	4.1	0.3	RI-MS
13	β -Pinène	977	-	3.8	0.8	RI-MS-coGC
14	1-Octen-3-ol	980	0.1	t	-	RI-MS
15	3-Octanone	985	0.1	-	-	RI-MS
16	Myr-Myrcène	990	1.1	1.7	0.1	RI-MS-coGC
17	3-Octanol	993	t	0.2	-	RI-MS
18	δ -2-Carène	1001	-	-	0.2	RI-MS
19	α -Phellandène	1004	0.2	-	t	RI-MS-coGC
20	δ -3-Carène	1011	0.1	-	t	RI-MS-coGC
21	α -Terpinène	1017	1.6	0.2	t	RI-MS-coGC
22	p-Cymène	1024	12.2	t	0.7	RI-MS-coGC
23	Limonène	1030	0.6	-	0.5	RI-MS-coGC
24	\square -Phellandrene	1030	t	-	-	RI-MS
25	1.8-Cinéole	1032	0.1	28.4	1.0	RI-MS-coGC
26	cis- \square -Ocimène	1038	t	-	t	RI-MS
27	Melonal	1039	-	-	0.8	RI-MS
28	trans- \square -Ocimène	1049	-	t	-	RI-MS
29	γ -Terpinène	1060	8.1	1.1	0.4	RI-MS-coGC
30	cis-Sabinène hydrate	1067	0.1	0.6	-	RI-MS
31	Oxyde de cis-linalool	1075	t	-	-	RI-MS
32	1-Nonen-3-ol	1085	0.1	-	-	RI-MS
33	α -terpinolène	1087	0.2	0.1	t	RI-MS-coGC
34	p-Cymène	1089	0.2	-	-	RI-MS
35	Hydrate de trans-Sabinène	1097	-	t	-	RI-MS
36	Linalool	1099	2.1	0.3	-	RI-MS-coGC
37	Nonanal	1104	-	t	-	RI-MS-coGC
38	cis-Thujone	1105	-	t	-	RI-MS
39	Oxyde cis-rose	1112	-	-	0.4	RI-MS
40	cis-p-Menth-2-ène-1-ol	1122	-	t	-	RI-MS
41	Oxyde trans-rose	1127	-	-	0.2	RI-MS
42	cis-p-Menth-2-èn-1-ol	1134	-	t	-	RI-MS
43	cis-Sabinol	1143	-	0.3	-	RI-MS
44	Isopulegol	1146	-	-	t	RI-MS
45	Menthone	1150	-	9.7	-	RI-MS-coGC
46	Citronellal	1153	-	-	64.7	RI-MS-coGC
47	Isomenthone	1164	-	9.6	-	RI-MS
48	δ -Terpinéol	1165	-	1.6	-	RI-MS
49	Borneol	1166	0.3	-	-	RI-MS-coGC
50	trans-Isopulegone	1176	-	0.5	-	RI-MS
51	4-Terpinéol	1177	0.6	0.4	-	RI-MS-coGC
52	Menthol	1178	-	0.2	-	RI-MS
53	α -Terpinéol	1189	0.1	2.1	0.1	RI-MS
54	Myrtenal	1192	-	-	t	RI-MS
55	Dihydrocarvone	1196	0.1	-	-	RI-MS
56	Citronellol	1228	-	t	10.9	RI-MS-coGC
57	Thymol méthyl éther	1235	t	-	-	RI-MS
58	Pulegone	1236	-	10.2	-	RI-MS
59	Carvacrol méthyl éther	1240	0.7	-	-	RI-MS

60	Piperitone	1253	-	2.5	-	RI-MS
61	Thymol	1291	13.3	1.8	-	RI-MS-coGC
62	Carvacrol	1299	52.1	2.1	-	RI-MS-coGC
63	Bicycloelemene	1335	-	t	-	RI-MS
64	Piperitenone	1342	-	0.4	-	RI-MS
65	α -Cubebene	1351	-	t	-	RI-MS
66	Acétate de citronellyle	1352	-	-	3.2	RI-MS
67	Eugenol	1357	-	0.1	-	RI-MS-coGC
68	Oxyde de piperitenone	1366	-	0.5	-	RI-MS
69	α -Copaene	1376	-	0.1	-	RI-MS
70	\square -Bourbonène	1384	-	0.1	-	RI-MS
71	\square -Cubebene	1389	-	t	-	RI-MS
72	\square -Elemene	1391	-	t	-	RI-MS
73	cis-Jasmone	1394	-	0.1	0.3	RI-MS
74	α -Gurjunene	1409	0.3	t	-	RI-MS
75	\square -Caryophyllène	1419	0.2	1.2	0.5	RI-MS-coGC
76	\square -Gurjunene	1432	t	t	-	RI-MS
77	Aromadendrène	1440	0.3	t	-	RI-MS
78	Geranyl acétone	1453	-	0.1	-	RI-MS
79	α -Humulène	1454	-	-	0.1	RI-MS
80	trans- \square -Farnesene	1456	-	0.4	-	RI-MS
81	α -Patchoulène	1458	-	0.1	-	RI-MS
82	Alloaromadendrène	1461	0.1	0.2	-	RI-MS
83	γ -Gurjunene	1472	0.1	t	-	RI-MS
84	Germacrène D	1480	t	3.0	-	RI-MS
85	Ledene	1486	0.2	-	-	RI-MS
86	Valencene	1492	-	t	-	RI-MS
87	Bicyclogermacrène	1495	-	4.7	0.1	RI-MS
88	α -Muuroolène	1499	t	-	-	RI-MS
89	γ -Cadinene	1513	0.1	t	-	RI-MS
90	δ -Cadinene	1524	0.1	0.1	-	RI-MS
91	Spathuléol	1576	0.4	1.5	-	RI-MS
92	Oxyde de caryophyllène	1581	0.1	0.3	1.5	RI-MS-coGC
93	Viridiflorol	1590	-	t	-	RI-MS
94	Ledol	1595	-	t	-	RI-MS
95	Isospathuléol	1634	-	0.2	-	RI-MS
96	α -Cadinol	1653	-	0.1	-	RI-MS
97	Hexahydrofarnesyl acétone	1844	-	t	-	RI-MS
98	Farnesyl acétone	1919	-	0.1	-	RI-MS

Indices de rétention relatifs aux n-alcanes C7-C20 sur colonne non polaire HP 5MS. Identification: co-GC, comparaison avec des composés authentiques; MS, comparaison de spectres de masse avec des banques MS; RI, comparaison de l'indice de rétention avec la bibliographie; t = trace (concentration <0.05%).

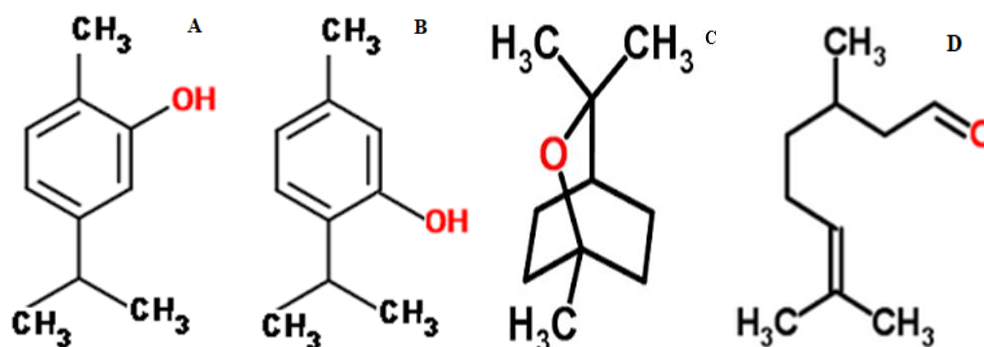


Figure 11. Structure chimique des composants majoritaires de chaque huile essentielle. A : carvacrol et B : thymol (*T. fontanesii*), C : 1,8-cineole (*S. calamintha*) et D : citronellal (*E. citriodora*).

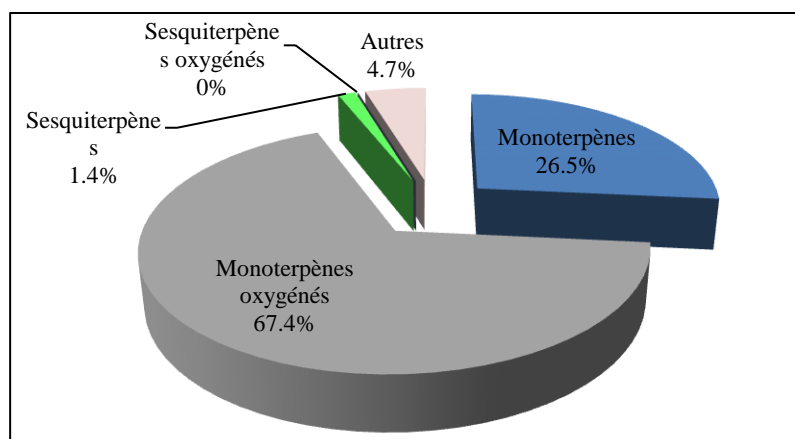


Figure 12. Pourcentage des familles de molécules dans l'huile essentielle de *T. fontanesii*.

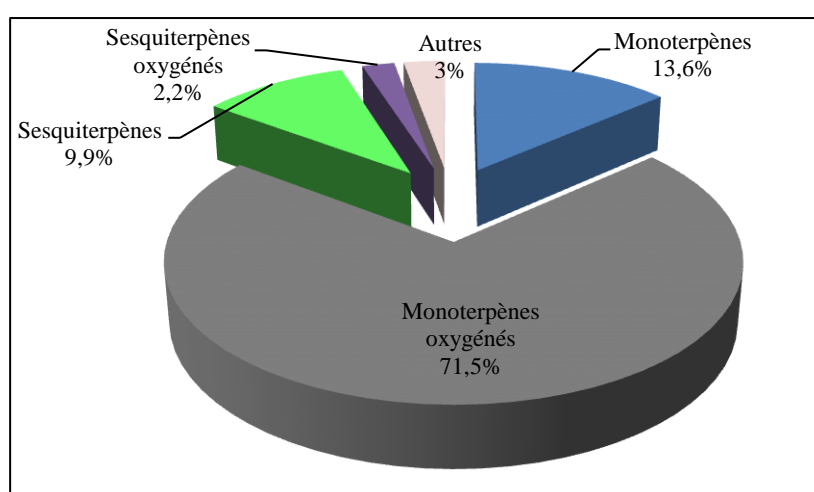


Figure 13. Pourcentage des familles de molécules dans l'huile essentielle de *S. calamintha*.

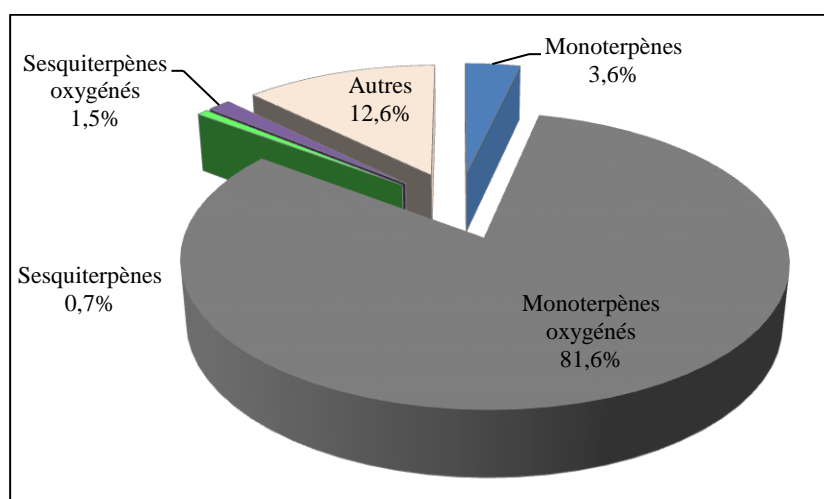


Figure 14. Pourcentage des familles de molécules dans l'huile essentielle de *E. citriodora*.

Les concentrations 0.01 et 0.02% de l'HE de *T. fontanesii* ont montré un effet statistiquement significatif chez toutes les espèces adventices sauf chez *C. campestris* (**Figure 15-21**). À la plus forte concentration (0.03%), l'HE a montré le plus fort taux d'inhibition de

germination qui a atteint 100% chez *S. arvensis*, *A. fatua*, *S. oleraceus* et *C. rotundus*, 90.66% chez *O. crenata*, 84.5% chez *X. strumarium* et 43.33% chez *C. campestris* (**Tableau 11**). L'HE de *S. calamintha* à une faible concentration (0.01%) inhibe la germination des espèces adventices de plus de 60%, sauf pour *S. arvensis* et *C. campestris*. Statistiquement la concentration la plus forte a montré un effet hautement significatif chez toutes les espèces mais qui reste faible chez *C. campestris* (**Tableau 11**). L'HE de *E. citriodora* a montré un taux d'inhibition significatif chez les espèces adventices à la concentration la plus faible sauf chez *X. strumarium* et les deux plantes parasites. Le taux d'inhibition augmente avec les concentrations croissantes, où les concentrations 0.02 et 0.03% ont présenté un effet significatif chez toutes les espèces. Une inhibition totale de germination a été marquée chez *S. arvensis*, *C. rotundus* et *C. campestris* à 0.03% de l'HE de *E. citriodora* (**Figure 15, 19 et 21 ; Tableau 11**).

Tableau 11. Effet des huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et *Eucalyptus citriodora* sur le taux d'inhibition de germination des espèces adventices.

Traitement	Concentration	<i>S. arvensis</i>	<i>A. fatua</i>	<i>S. oleraceus</i>	<i>X. strumarium</i>	<i>C. rotundus</i>	<i>O. crenata</i>	<i>C. campestris</i>
Témoins	Témoin 1	5±1.5 a	0.55±1.8 a	3.16 ±2.2 a	16.66±6.9 a	0.66 ±3.8 a	19.66±4.23 a	1.83±4.09 a
	Témoin 2	4.3±1.5 a	0.5±1.8 a	2.6±2.2 a	10±6.9 a	0.5±3.8 a	3±4.23 a	1.16±4.09 a
<i>T. fontanesii</i>	0.01%	97±1.5 d	65.5±1.8 bc	80±2.2 b	43±6.9 b	61.6±3.8 b	53.33±4.23 b	7.66±4.09 a
	0.02%	98.5±1.5 d	85.5±1.7 d	96.8±2.2 c	64.6±6.9 c	91.3±3.8 cd	72±4.23 bc	14.5±4.09 a
	0.03%	100±1.5 d	100 ± 2.4 e	100±2.2 c	84.5±6.9 c	100±3.8 c	90.66±4.23 c	43.33±4.09 b
<i>S. calamintha</i>	0.01%	17.1±1.5 b	58.5±1.8 b	78.6±2.2 b	65±6.9 c	63.5±3.8 b	61.33±4.23 b	5.16±4.09 a
	0.02%	45.8±1.5 c	68.3±1.8 c	84.8±2.2 b	76.6±6.9 c	76.1±3.8 bc	77±4.23 c	7.66±4.09 a
	0.03%	50±1.5 c	90.1±1.8 d	93.8±2.2 c	81.6±6.9 c	93.1±3.8 cd	78.5±4.23 cd	43.5±4.09 b
<i>E. citriodora</i>	0.01%	96.34± 0.85 b	61.5 ± 2.51 b	76.17 ± 2.59 b	30 ± 8 a	56.66±3.8 b	69±4.23 a	33±4.09 a
	0.02%	98 ± 0.85 bc	82.34 ± 2.51 c	91.5 ± 2.59 c	70 ± 10 b	79.83±3.8 bc	75.33±4.23 bc	34.66±4.09 ab
	0.03%	100 ± 0 c	92.34 ± 2.51 c	95.5 ± 2.59 c	90 ± 3.65 b	100±3.8 c	98.33±4.23 c	100±4.09 c

Témoin1 : l'Eau Distillé Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20. Les moyennes dans la même colonne suivies de la même lettre ne sont pas significativement différentes selon le test de comparaison de Tukey à un niveau de signification ≤ 0.05 . Les valeurs avec \pm représentent l'erreur standard.

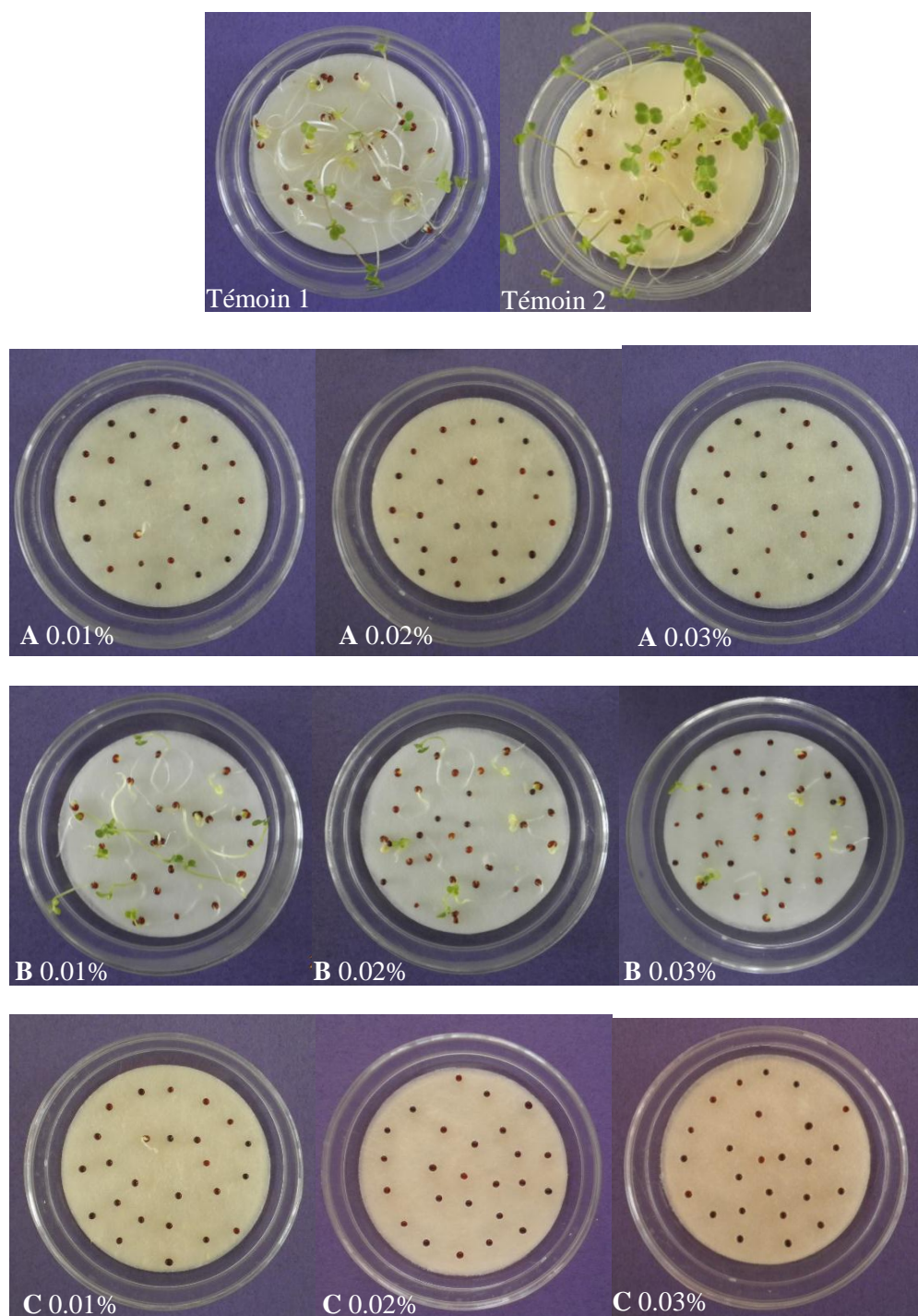


Figure 15. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Sinapis arvensis*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

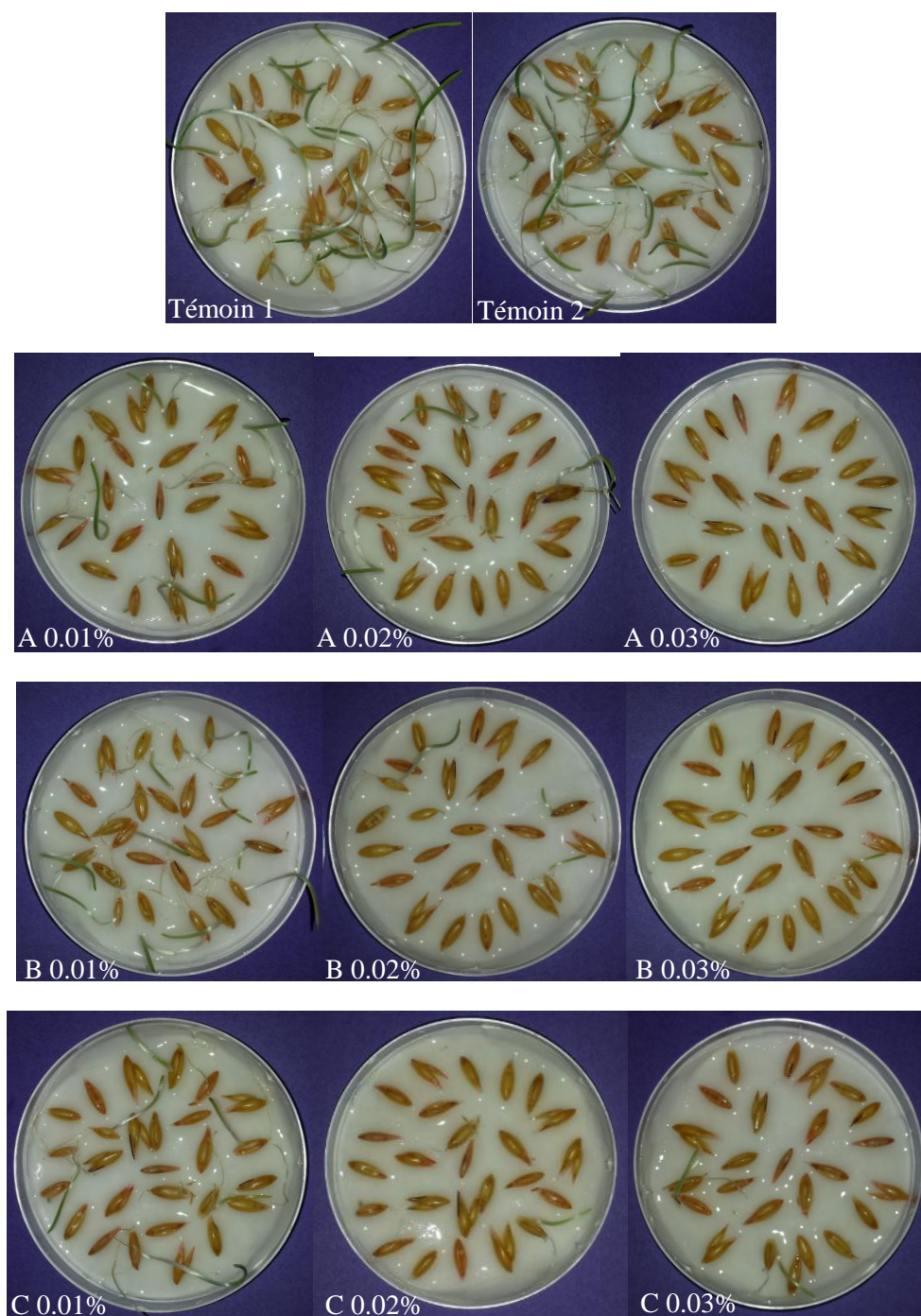


Figure 16. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Avena fatua*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

III.2.1.2 Longueur des plantules et racines des adventives et tube germinatif des plantes parasites

L'HE de *T. fontanesii* a montré une forte réduction d'élongation racinaire. Statistiquement l'effet herbicide de l'huile était significatif à la plus faible concentration (0.01%) chez toutes les espèces sauf chez le tube germinatif de *C. campestris*.

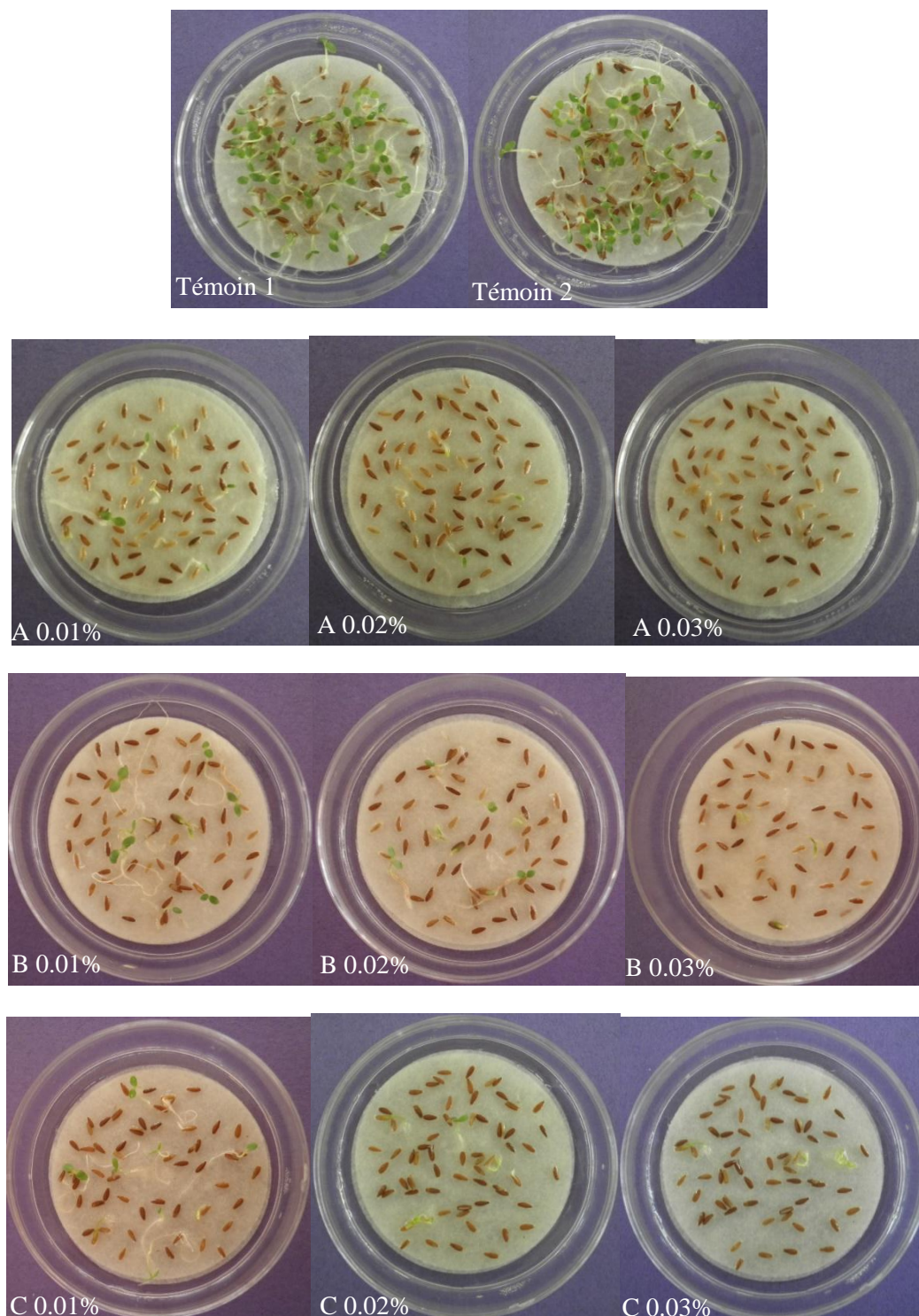


Figure 17. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Sonchus oleraceus*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

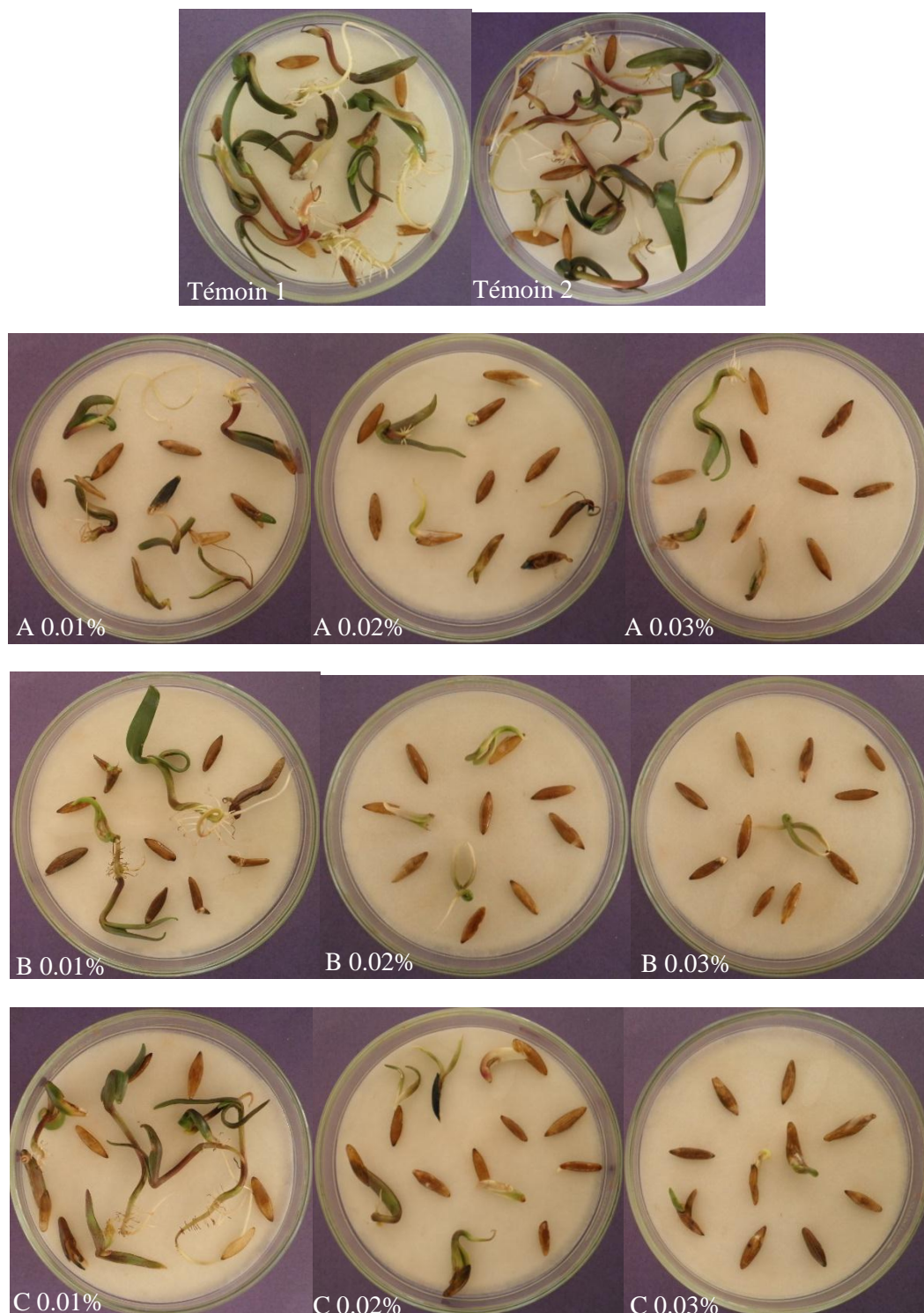


Figure 18. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Xanthium strumarium*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

Une corrélation remarquable a été notée entre la réduction de la longueur des racines d'adventices et du tube germinatif des plantes parasites et les concentrations d'ordre croissant des huiles (**Tableau 12**).

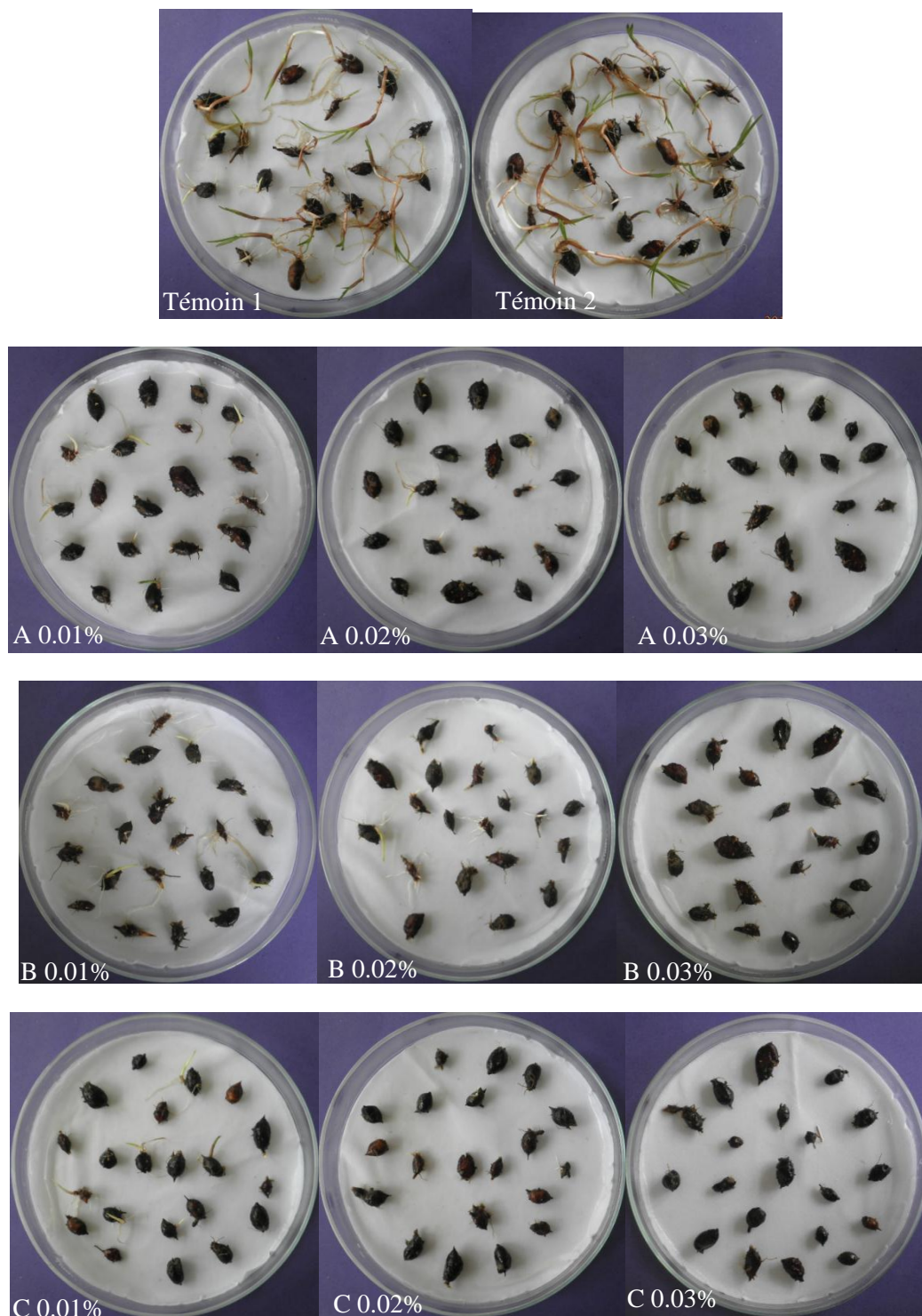


Figure 19. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Cyperus rotundus*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

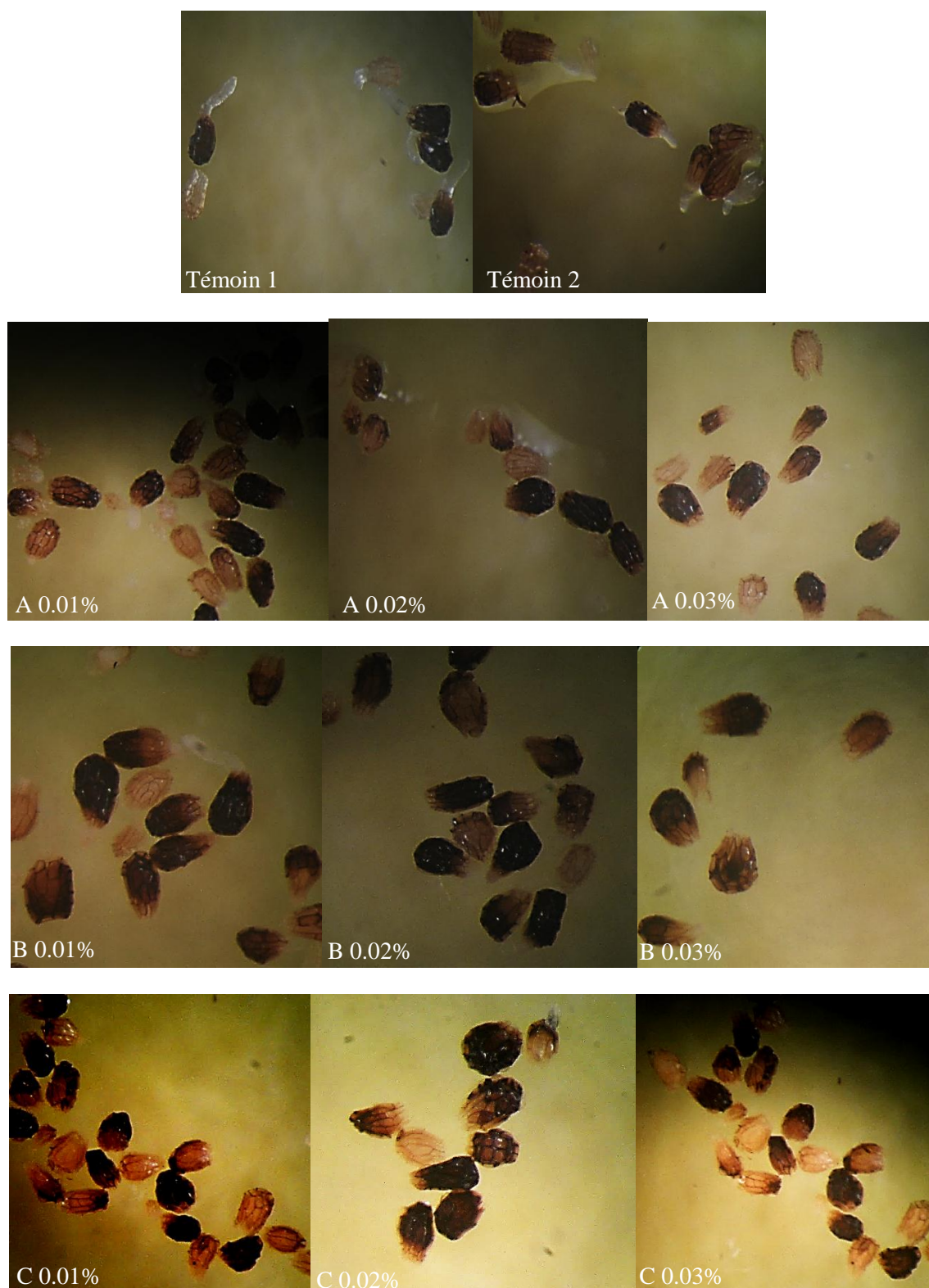


Figure 20. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Orobancha crenata*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

De même, l'HE de *S. calamintha* a provoqué une réduction remarquable de croissance des racines chez toutes les espèces à la plus faible concentration sauf chez le tube germinatif de *C. campestris* où cette plante parasite reste tolérante à toutes les concentrations.

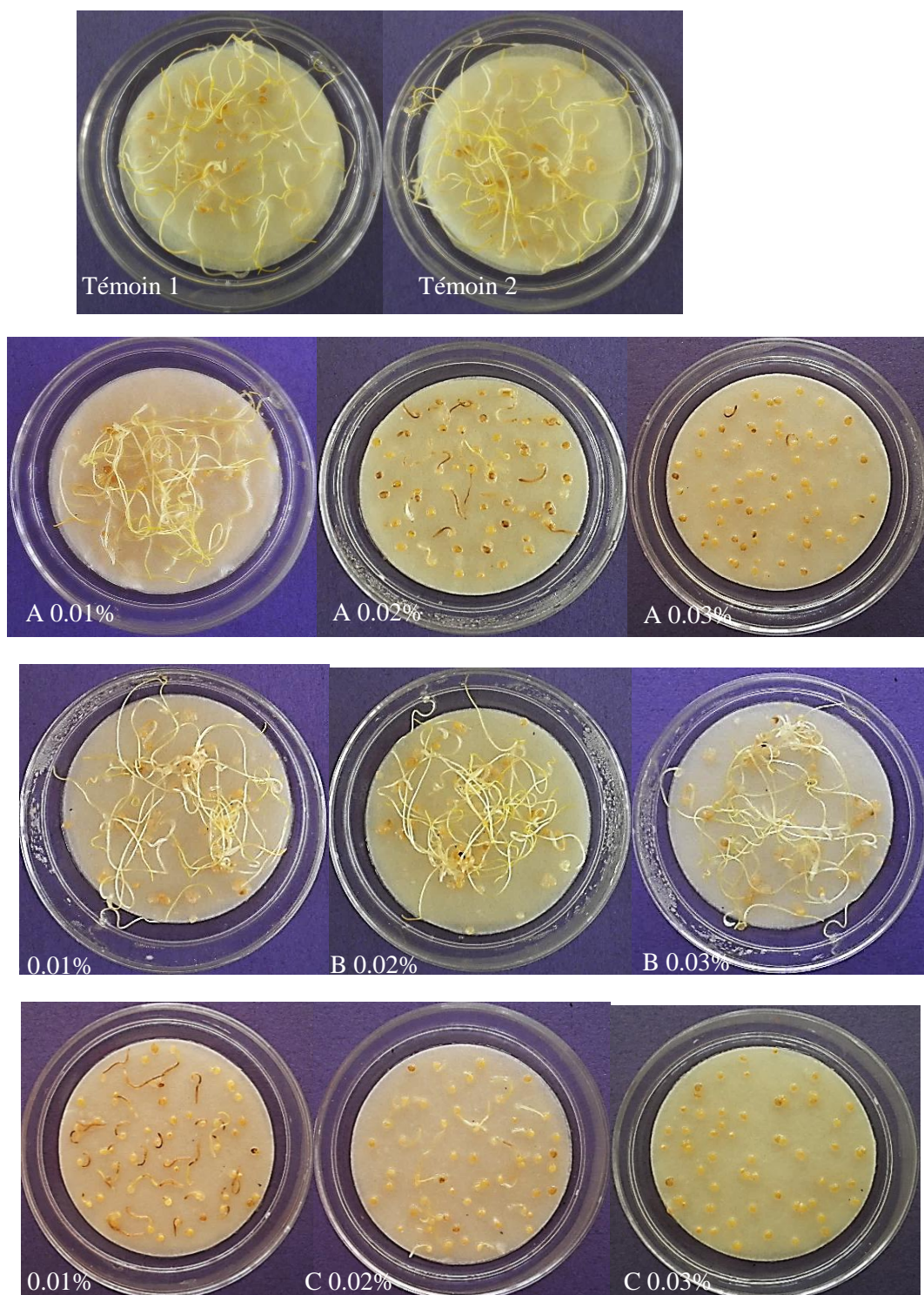


Figure 21. Effet des concentrations (0.01, 0.02 et 0.03%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur la germination des graines de *Cuscuta campestris*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

La concentration 0.03% a montré un effet réducteur d'élongation de racines chez les adventices étudiées et inhibiteur de croissance de racines de *A. fatua* (**Tableau 12, Figure 16 B**). Tandis que, l'HE de *E. citriodora* à toutes les concentrations utilisées a montré un effet hautement significatif de réduction d'élongation des racines de toutes les adventices ainsi que le tube germinatif des deux plantes parasites par rapport aux témoins (**Tableau 12**).

La longueur des plantules été fortement réduit par l'HE de *T. fontanesii* à 0.01% chez toutes les adventices sauf chez *S. arvensis* où l'espèce a montré une forte sensibilité à l'égard de cette concentration (aucune croissance) (**Figure 15-21 A**). Les concentrations 0.02 et 0.03% ont montré une forte réduction et même une absence de croissance chez la plupart des espèces (**Tableau 13**). Cependant, pour l'HE de *S. calamintha*, l'élongation des plantules a exposé un effet statistiquement significatif chez toutes les espèces et à toutes les concentrations de l'huile (**Tableau 13**). La longueur des plantules traitées par l'huile de *E. citriodora* a montré le même effet statistiquement significatif (**Tableau 13**) chez toutes les espèces, bien que à la plus faible concentration de l'huile de *E. citriodora* l'adventice, *S. arvensis* a montré une absence totale de croissance de la partie aérienne (**Figure 15C**).

Tableau 12. Effet des huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et *Eucalyptus citriodora* sur la longueur des racines des plantes adventices et du tube germinatif de *Cuscuta campestris* (cm) et de *Orobanche crenata* (μm).

Traitement	Concentration	<i>S. arvensis</i>	<i>A. fatua</i>	<i>S. oleraceus</i>	<i>X. strumarium</i>	<i>C. rotundus</i>	<i>O. crenata</i>	<i>C. campestris</i>
Témoins	Témoin 1	2.3± 0.1 a	8.5± 0.5 a	4.6± 0.3 a	7.4± 0.5 a	9± 0.2 a	70±2.81 a	4.98±4.09 a
	Témoin 2	2.4± 0.1 a	8.9± 0.5 a	4.5± 0.3 a	7.3± 0.5 a	8.9± 0.2 a	71.66±2.81 a	5.81±4.09 a
<i>T. fontanesii</i>	0.01%	0.03± 0.1 d	1.0± 0.5 b	0.01± 0.3 b	0.9± 0.5 b	0.1± 0.2 b	16.66±2.81 b	3.3±4.09 a
	0.02%	0.08± 0.1 d	0.5± 0.4 b	0.07± 0.3 b	0.3± 0.5 b	0.02± 0.2 b	6.83±2.81 c	1.38±4.09 b
	0.03%	0± 0.1 d	0± 0.5 b	0± 0.3 b	0.6± 0.5 b	0± 0.2 b	2.16±2.81 d	0.018±4.09 c
<i>S. calamintha</i>	0.01%	1.7± 0.1 b	0.7± 0.5 b	0.1± 0.3 b	0.8± 0.5 b	0.8± 0.2 b	15.83± 2.81 b	4.91±4.09 a
	0.02%	0.8± 0.1 c	0.1± 0.5 b	0.05± 0.3 b	0.7± 0.5 b	0.1± 0.2 b	6.5± 2.81 c	3.76±4.09 a
	0.03%	0.5± 0.1 c	0± 0.5 b	0.05± 0.3 b	0.05± 0.5 b	0.3± 0.2 b	6.3± 2.81 c	3.11±4.09 a
<i>E. citriodora</i>	0.01%	0.01 ± 0.06 b	1 ± 0.54 b	1.26 ± 0.19 b	2 ± 0.74 b	2.5± 0.2 b	11.5± 2.81 b	0.17±4.09 b
	0.02%	0.01 ± 0.06 b	0.06 ± 0.54 b	0.08 ± 0.19 c	0.23 ± 0.16 b	0.28± 0.2 b	4.5± 2.81 b	0.06±4.09 c
	0.03%	0 ± 0 b	0.05 ± 0.54 b	0.02 ± 0.19 c	0.02 ± 0.7 b	0± 0.2 c	1.66± 2.81 c	0±4.09 c

Témoin1 : l'Eau Distillé Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20. ^a : Tube germinatif des deux plantes parasites : ^b*Orobanche crenata* et ^c*Cuscuta campestris*. Les moyennes dans la même colonne suivies de la même lettre ne sont pas significativement différentes selon le test de comparaison de Tukey à un niveau de signification ≤ 0.05 . Les valeurs avec \pm représentent l'erreur standard.

Tableau 13. Effet des huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et *Eucalyptus citriodora* sur la longueur des plantules (cm) des adventices.

Traitement	Concentration	<i>S. arvensis</i>	<i>A. fatua</i>	<i>S. oleraceus</i>	<i>X. strumarium</i>	<i>C. rotundus</i>
Témoins	Témoin1	2.2± 0.1 a	5.9± 0.3 a	1.9± 0.1 a	7.9±6.9 a	5.9±0.2 a
	Témoin2	2.3± 0.1 a	6.8± 0.3 a	1.7± 0.1 a	7.3± 0.4 a	5.9± 0.2 a
<i>T. fontanesii</i>	0.01%	0.0± 0.1 d	0.7± 0.3 b	07± 0.1 b	1.1± 0.4 b	0.08± 0.2 b
	0.02%	0.0± 0.1 d	0.3± 0.3 b	05± 0.1 b	0.5± 0.4 b	0.01± 0.2 b
	0.03%	0.0± 0.1 d	0.0± 0.3 b	0.0± 0.1 b	0.3± 0.46 b	0.0± 0.2 b
<i>S. calamintha</i>	0.01%	1.6± 0.1 b	0.6± 0.3 b	0.05± 0.1 b	1.1± 0.4 b	1± 0.2 b
	0.02%	0.6± 0.1 c	0.1± 0.3 b	0.03± 0.1 b	1± 0.4 b	0.4± 0.2 b
	0.03%	0.4± 0.1 c	0.1± 0.3 b	0.01± 0.1 b	0.5± 0.4 b	0.4± 0.2 b
<i>E. citriodora</i>	0.01%	0 ± 0 b	0.8 ± 0.36 b	0.51 ± 0.06 a	2.36 ± 0.61 b	1.48± 0.2 b
	0.02%	0 ± 0 b	0.04 ± 0.36 b	0.02 ± 0.06 b	0.56 ± 0.19 b	0.45± 0.2 b
	0.03%	0 ± 0 b	0.05 ± 0.36 b	08 ± 0.06 b	0.28 ± 0.13 b	0± 0.2 c

Témoin1 : l'Eau Distillé Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20. Les moyennes dans la même colonne suivies de la même lettre ne sont pas significativement différentes selon le test de comparaison de Tukey à un niveau de signification ≤ 0.05 . Les valeurs avec \pm représentent l'erreur standard.

III.2.3. Bio-essais *in vivo*

III.2.3.1. Effet des trois huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* et *Eucalyptus citriodora* sur l'état sanitaire, le fonctionnement de l'appareil photosynthétique et l'intégrité de la membrane plasmique des plantes adventices et du blé dur (*Triticum durum*)

III.2.3.1.1. État sanitaire des plantes adventices et du blé dur

L'application des HEs sur les adventices au stade 3-4 feuilles a provoqué des symptômes visibles de phytotoxicité tels que le flétrissement, la chlorose des feuilles, les taches nécrotiques et la dessiccation. Les symptômes de blessures visibles observés 1 à 6 jours après le traitement se sont intensifiés avec le temps et avec l'ordre croissant des concentrations.

Les plantes traitées par l'HE de *T. fontanesii* ont montré des symptômes 1 jour après le traitement à la concentration la plus élevée. *Sinapis arvensis* présentait les plus forts symptômes de phytotoxicité (85%), suivi de *S. oleraceus* (83.3%), *A. fatua* (43.33 %), *X. strumarium* et *C. rotundus* (11.66%) tandis qu'aucun symptôme visible n'apparaissait sur *T. durum* 1 jour après le traitement (**Figure 22**). Un jour après la pulvérisation de 3% de l'HE de *S. calamintha*, des légers symptômes de phytotoxicité sur toutes les espèces adventices ($\leq 10\%$) ont été apparus mais rien n'a été remarqué sur *T. durum* ce qui reste non significatif statistiquement chez toutes les espèces. Tandis que, les plantes traitées par l'HE de *E. citriodora* ont montré des symptômes de phytotoxicité statistiquement significatifs 1 jour après le traitement à la concentration 3% chez toutes les espèces sauf chez le *T. durum* (**Figure 22**).

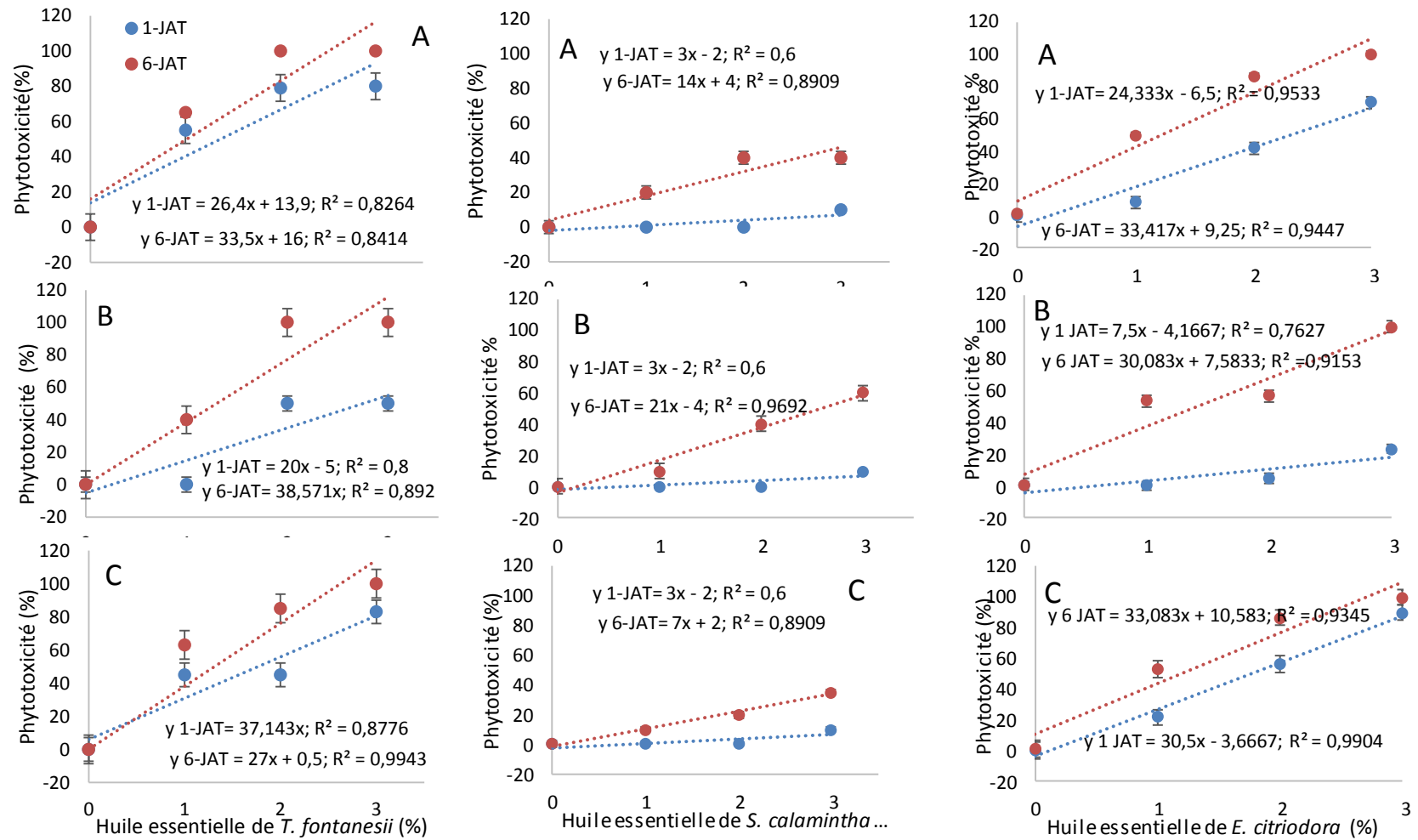


Figure 22. Phytotoxicité (%) des huiles essentielles de *T. fontanesii*, *S. calamintha* et *E. citriodora* sur les adventices des cultures (A: *S. arvensis*, B: *A. fatua*, C: *S. oleraceus*, D: *X. strumarium* et E: *C. rotundus*) et le blé dur (F: *T. durum*) 1 et 6 jours après le traitement (JAT). Les données analysées par des modèles de régression linéaire et R^2 représentent le coefficient de corrélation. Les barres d'erreur correspondent à l'erreur standard.

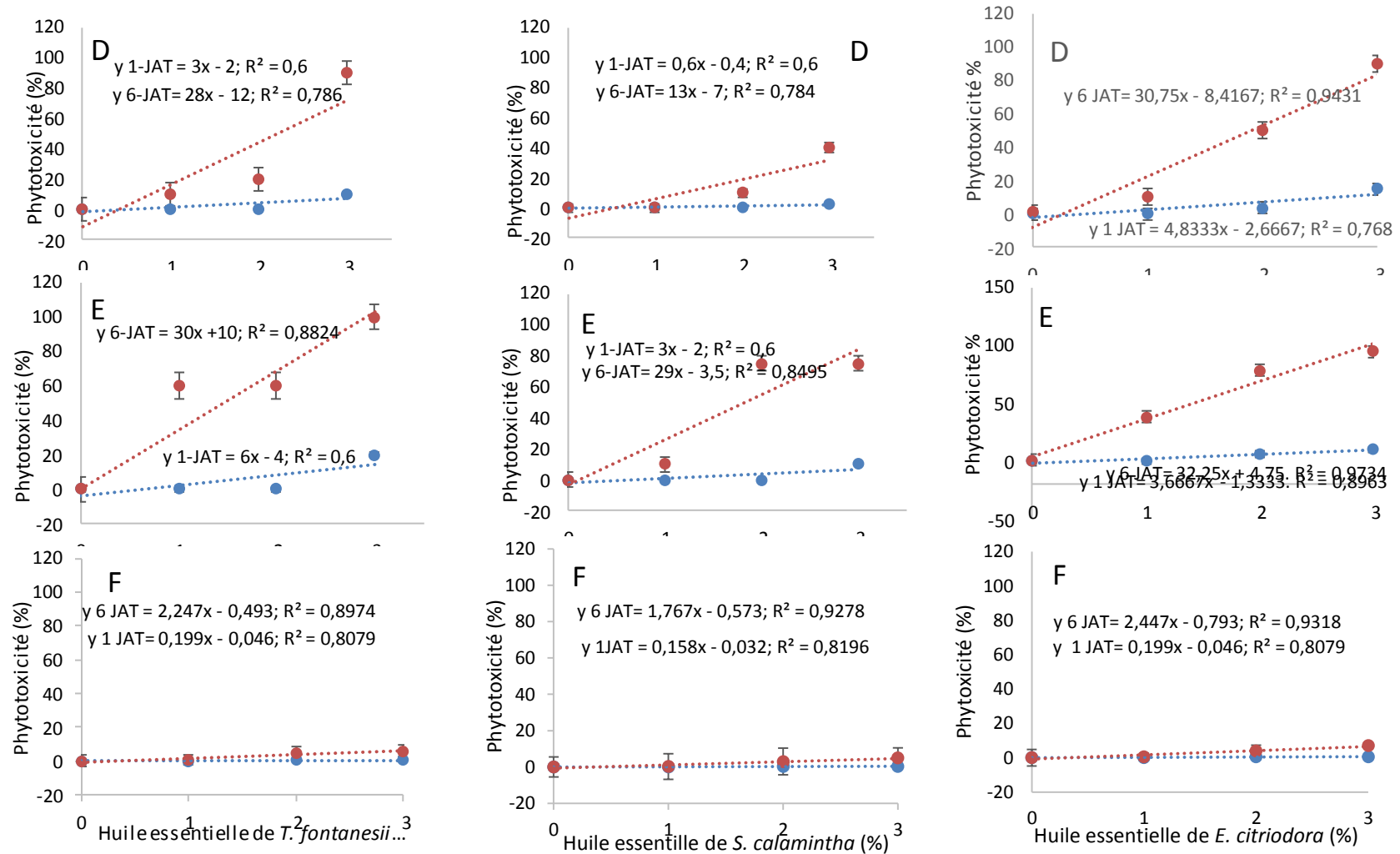


Figure 22 (suite). Phytotoxicité (%) des huiles essentielles de *T. fontanesii*, *S. calamintha* et *E. citriodora* sur les adventices des cultures (A: *S. arvensis*, B: *A. fatua*, C: *S. oleraceus*, D: *X. strumarium* et E: *C. rotundus*) et le blé dur (F: *T. durum*) observé 1 et 6 jours après le traitement (JAT). Les données analysées par des modèles de régression linéaire et R^2 représentent le coefficient de corrélation. Les barres d'erreur correspondent à l'erreur standard.

Le taux de phytotoxicité noté 6 jours après le traitement était statistiquement significatif sur toutes les adventices traitées par l'HE de *T. fontanesii* et *E. citriodora* à la concentration 1% ($\geq 50\%$), sauf chez *X. strumarium* ($\leq 10\%$) cependant que l'HE de *S. calamintha* à cette faible concentration a causé des symptômes significatifs que chez *S. arvensis* (20%) (Figure 22-27).

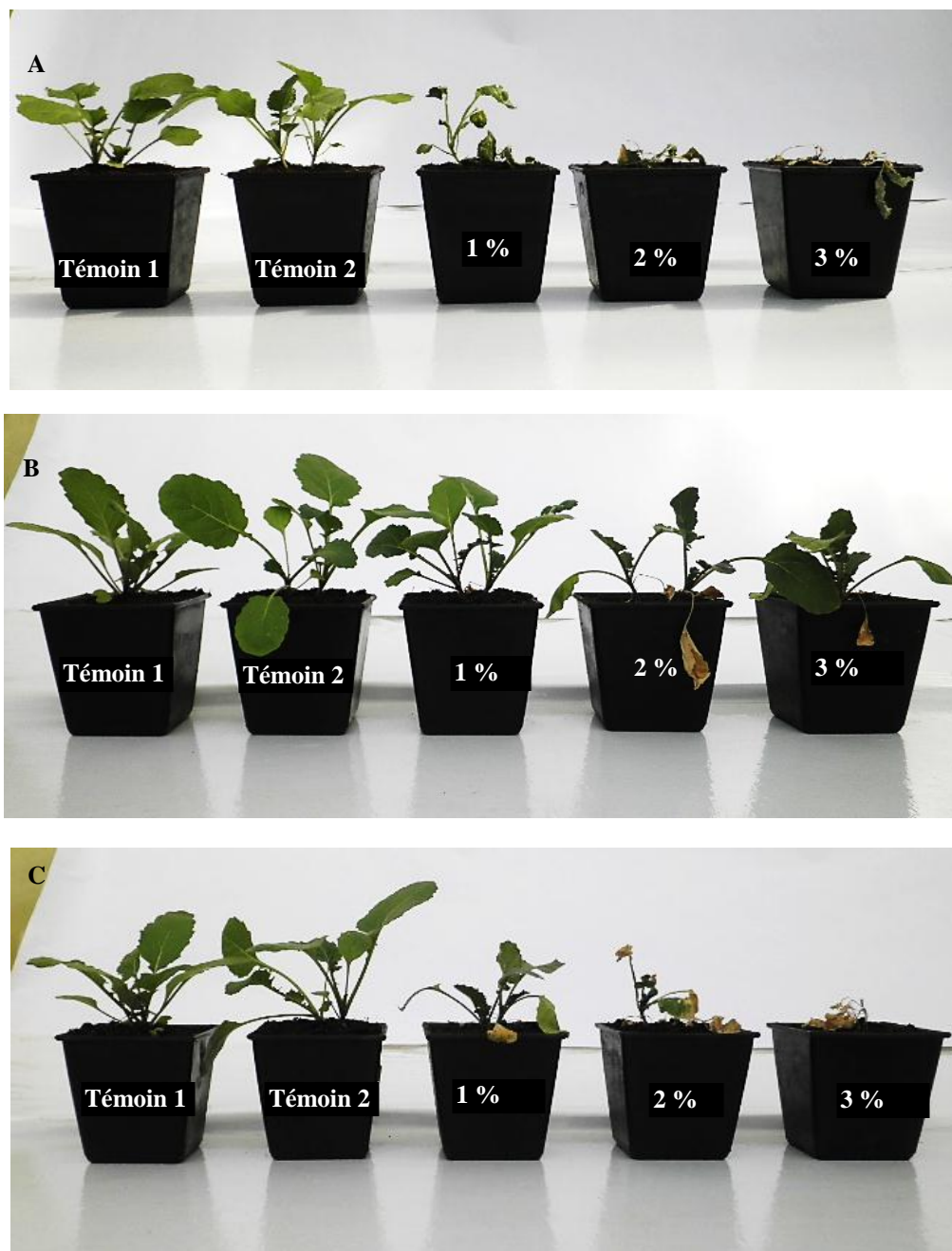


Figure 23. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur l'état sanitaire de *Sinapis arvensis*. Témoins 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoins 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

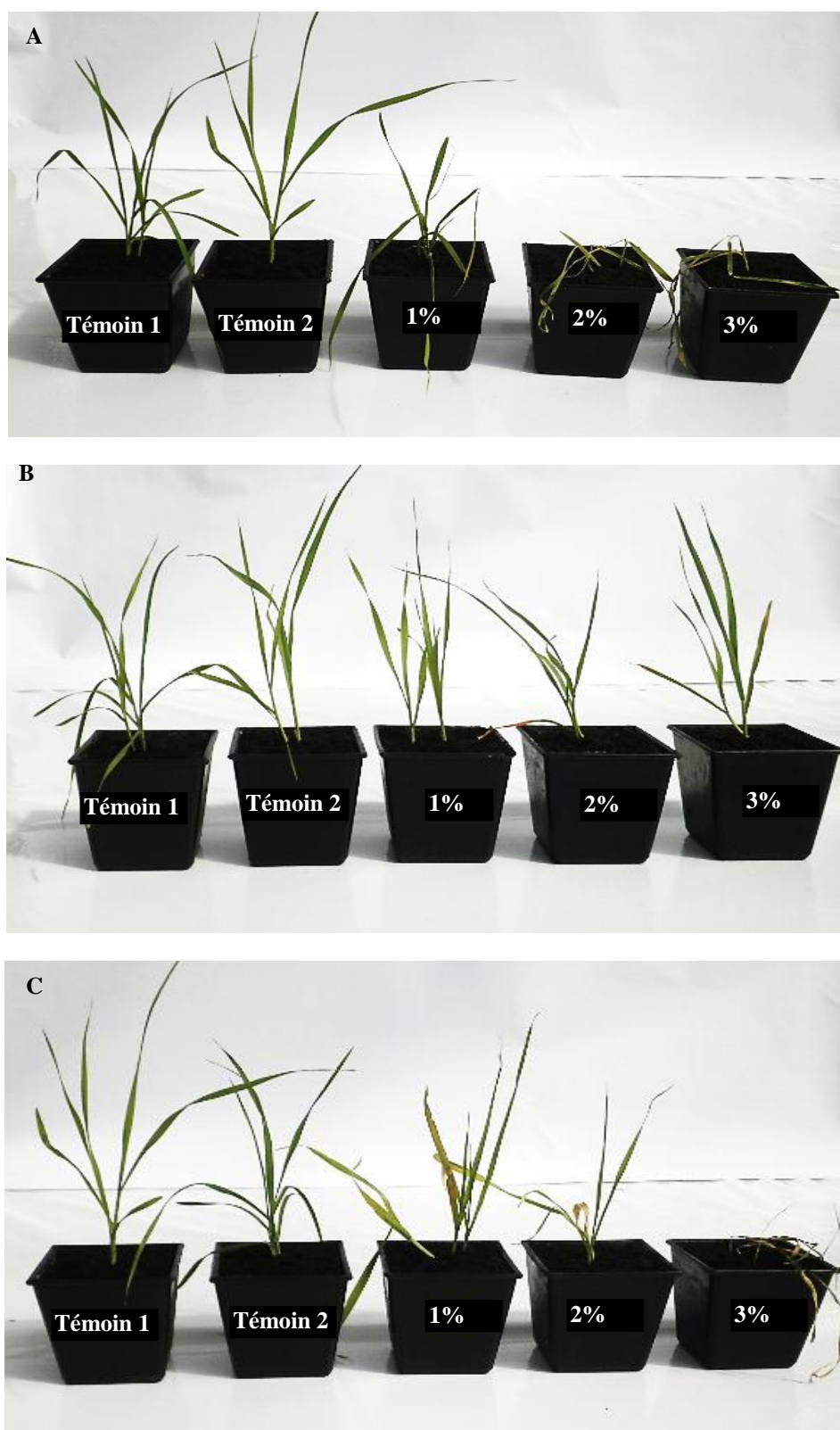


Figure 24. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur l'état sanitaire de *Avena fatua*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

Les concentrations 2 et 3% des trois huiles ont provoqué des symptômes graves chez toutes les espèces sauf chez le blé dur (Figure 22F - 28).



Figure 25. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur l'état sanitaire de *Sonchus oleraceus*. Témoign 1 : Eau Distillée Stérile (EDS).Témoign 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.



Figure 26. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur l'état sanitaire de *Xanthium strumarium*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

Les espèces adventices *S. arvensis*, *S. oleraceus* et *A. fatua* ont montré une forte sensibilité vis-à-vis les HEs de *T. fontanesii* et *E. citriodora* à 3% où elles ont entraîné la mort totale de ces dernières (100%) (**Figure 23-25**).

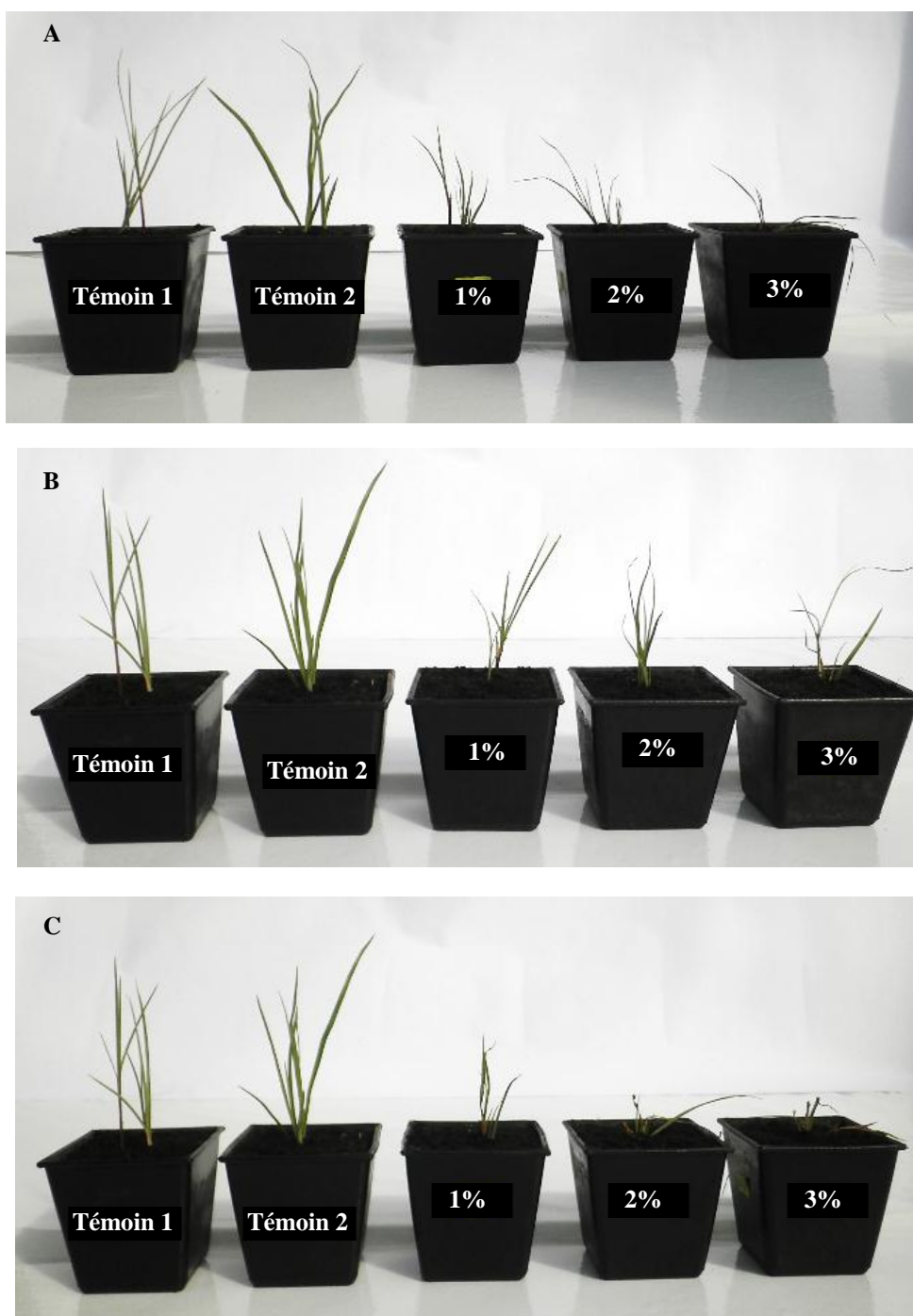


Figure 27. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur l'état sanitaire de *Cyperus rotundus*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

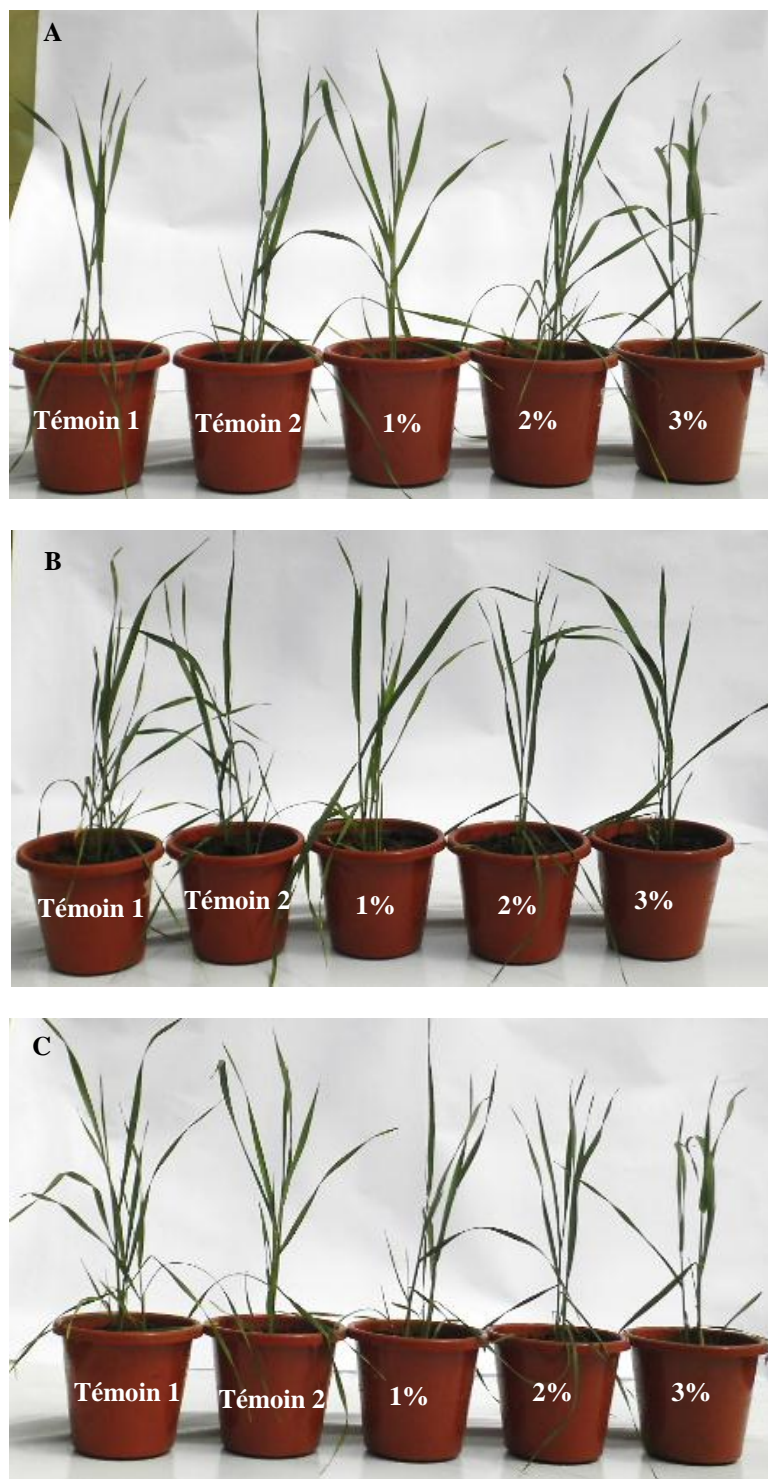


Figure 28. Effet des concentrations (1, 2 et 3%) des trois huiles essentielles (A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et C : *Eucalyptus citriodora*) sur l'état sanitaire de *Triticum durum*. Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS). Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20.

III.2.3.1.2. Fonctionnement de l'appareil photosynthétique

La teneur en chlorophylle des plantes au stade 3-4 feuilles traitées par les trois HEs était réduite en fonction des concentrations (**Figure 29**). Six jours après le traitement la teneur en chlorophylle a diminué de plus de 50% chez *S. arvensis* et *A. fatua* à la concentration 1% de l'HE de *T. fontanesii* et le même pourcentage de réduction a été observé chez *A. fatua* lorsqu'il était traité à l'HE de *S. calamintha*. La concentration 1% de l'HE de *E. citriodora* a causé aussi une réduction statistiquement significative chez *S. arvensis*, *S. oleraceus* et *A. fatua* (38.74, 48 et 70.39% respectivement). La concentration 2% de l'HE de *T. fontanesii* et de *E. citriodora* a causé une réduction significative chez toutes les espèces adventices sauf chez le blé dur, tandis que l'HE de *S. calamintha* à cette concentration n'a été significative que chez *A. fatua*, *X. strumarium* et *C. rotundus* (**Figure 29**). Les trois HEs ont montré une réduction de chlorophylle significative à la plus forte concentration (3%) chez toutes les espèces adventices, bien que chez *T. durum* ils ont montré une très faible réduction qui reste non significative statistiquement (**Figure 29**).

III.2.3.1.3. Intégrité de la membrane plasmique

Les symptômes (flétrissement et dessiccation) apparus sur les plantes adventices après le traitement par les trois HE ont été supposés d'être apparents en raison d'une fuite d'électrolyte et donc un dommage de l'intégrité de la membrane plasmique des cellules. La fuite d'électrolyte relative a augmenté avec l'augmentation des concentrations des HEs. À la concentration 1%, l'HE de *T. fontanesii* a induit un effet significatif de fuite d'ions chez toutes les espèces adventices sauf *X. strumarium*, tandis qu'aucun effet n'apparut chez l'HE de *S. calamintha*. L'HE de *E. citriodora* a montré statistiquement une interruption de la membrane plasmique chez toutes les espèces sauf *A. fatua*, *Thymus fontanesii* et *E. citriodora*, aux concentrations 2 et 3% ont révélés une forte conductivité membranaire hautement significative chez toutes les espèces adventices.

La concentration 3% de l'HE de *S. calamintha* a aussi montré un effet significatif de fuite d'électrolyte chez les quatre espèces : *S. arvensis*, *A. fatua*, *S. oleraceus* et *C. rotundus*. Statistiquement le traitement de blé dur par les trois HE n'a pas perturbé l'intégrité de la membrane plasmique (**Figure 30**).

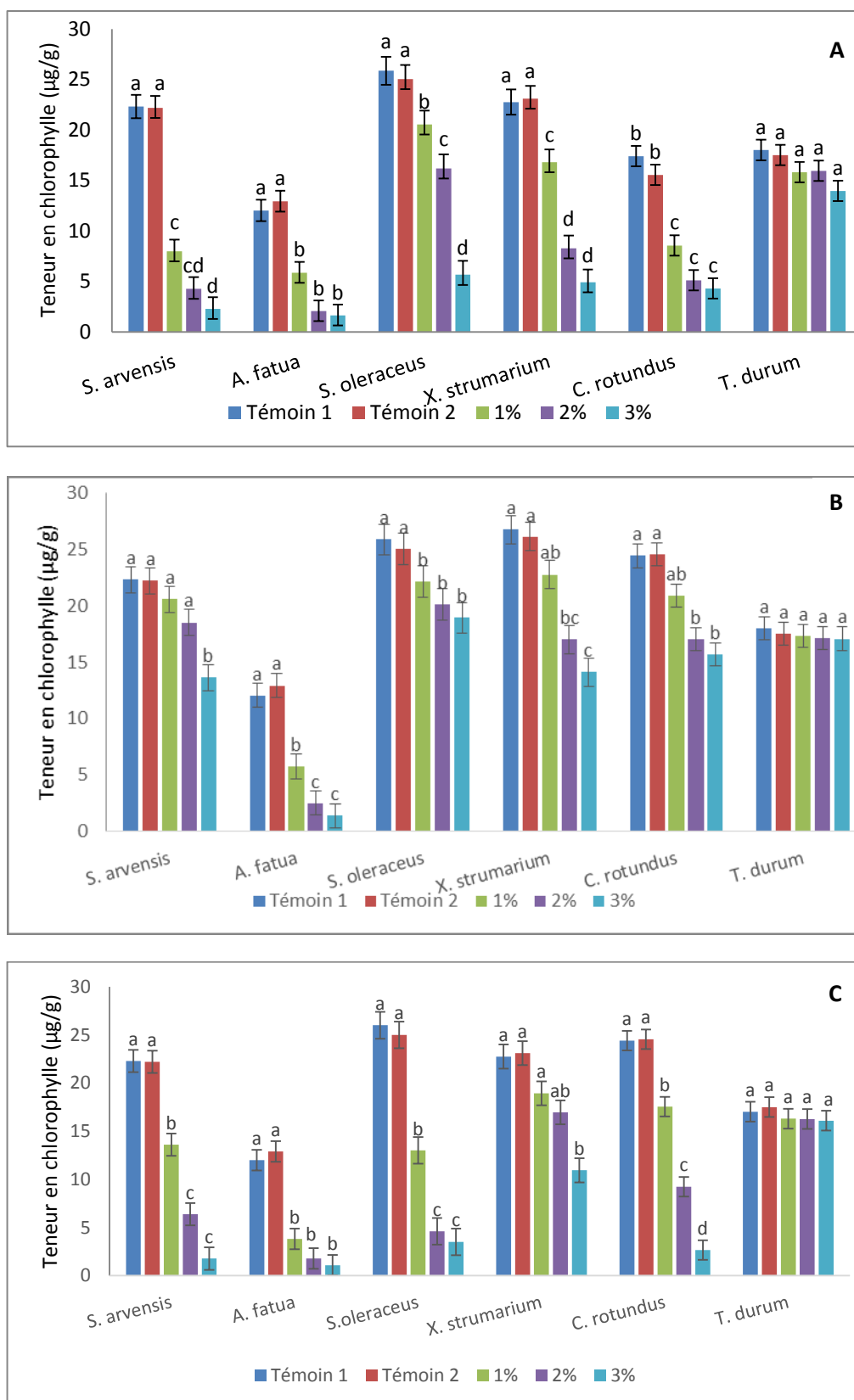


Figure 29. Effet des trois huiles essentielles sur la teneur en chlorophylle totale ($\mu\text{g} / \text{g}$ poids sec) des adventices étudiées et de blé dur. A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta*, C : *Eucalyptus citriodora*, Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS), Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20. Les barres d'erreur correspondent à l'erreur standard.

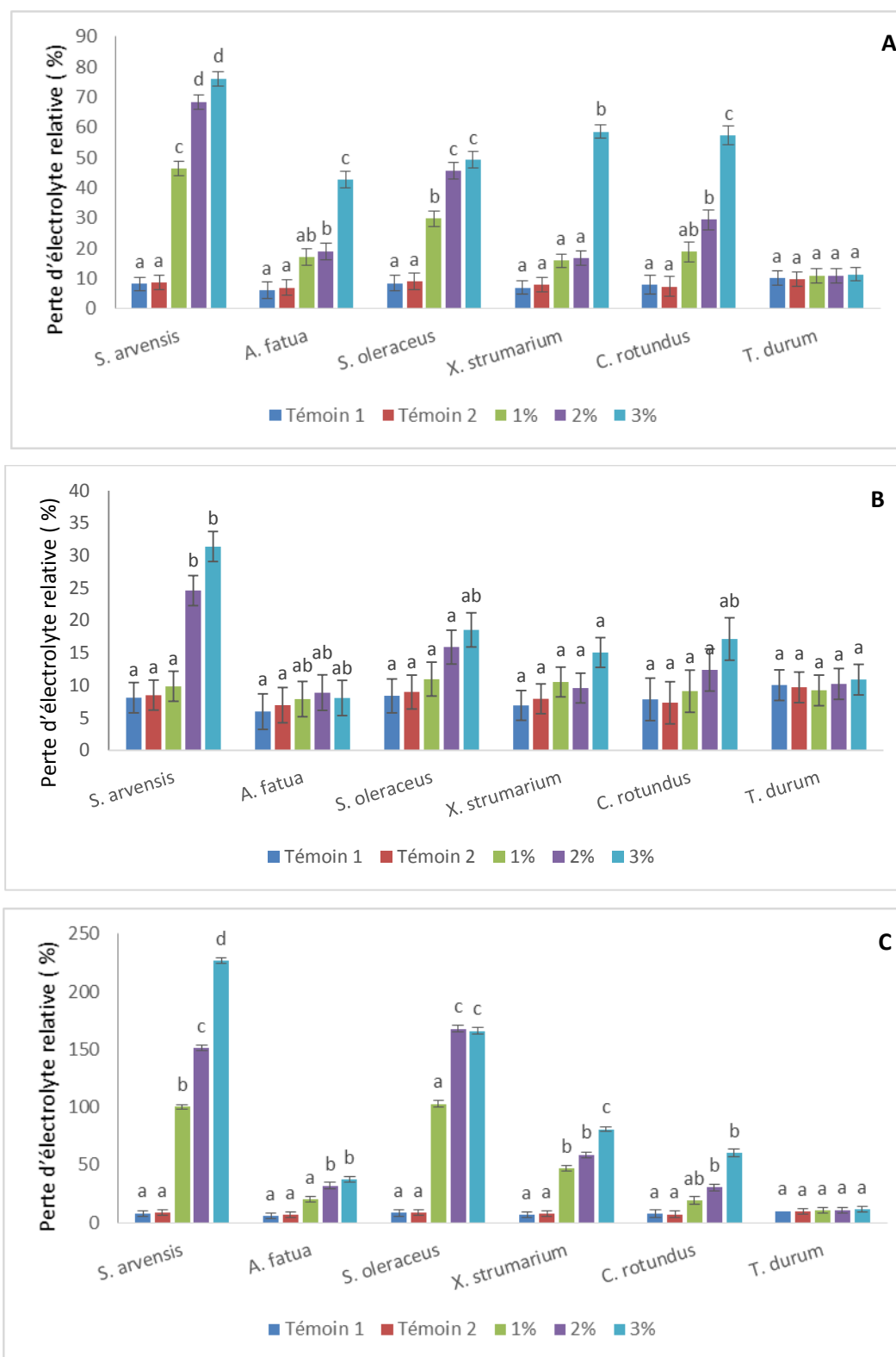


Figure 30. Effet des trois huiles essentielles sur la perte d'électrolyte relative (%) des adventices étudiées et de blé dur. A : *Thymus fontanesii*, B : *Satureja calamintha* subsp. *nepeta*, C : *Eucalyptus citriodora*, Témoin 1 : Eau Distillée Stérile (EDS), Témoin 2 : EDS contient 0.02% de Tween-20. Les barres d'erreur correspondent à l'erreur standard.

III.2.4. Bio-essai *in situ*

III.2.4.1. Évaluation du potentiel herbicide des huiles essentielles et de poudre de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* et *Eucalyptus citriodora* à l'égard des adventices

III.2.4.1.1. Effet des trois huiles essentielles sur la densité (recouvrement) et la richesse floristique selon l'indice de diversité floristique (Shannon-Weaver) des adventices dans la culture de blé dur et le rendement et poids de mille graines de blé dur

Le recouvrement des micro-parcelles par les adventices en présence de blé dur a montré l'effet le plus significatif de traitement herbicide comparant avec les deux témoins négatifs (EDS et EDS contient 0.02% de Tween-20) et les différentes concentrations des 3 HEs (**Tableaux 14 et 15**). La concentration la plus faible des HEs (1%) a montré un fort recouvrement d'avertices par rapport aux micro-parcelles soumis au désherbage chimique. Statistiquement les deux HEs de *S. calamintha* et *E. citriodora* ont montré un effet non significatif tandis que l'HE de *T. fontanesii* a montré une faible signification. Les concentrations 2 et 3% des trois huiles ont montré une réduction de recouvrement des micro-parcelles par les adventices par rapport aux témoins négatifs. La moyenne de taux de réduction de recouvrement d'avertices des deux campagnes agricole (2016-2017 et 2017-2018) dans les micro-parcelles traitées par la concentration 2% des HEs de *T. fontanesii*, *E. citriodora* et *S. calamintha* était 40.25, 29.82 et 19.84 %, respectivement. Par ailleurs, la concentration 3% des huiles de *T. fontanesii* et *E. citriodora* a induit une réduction de 66.79 et 74.79 % de recouvrement par rapport aux deux témoins négatifs. L'effet de l'HE de *S. calamintha* à cette concentration apparut significatif malgré le faible pourcentage de la réduction qu'il a marqué (17.12%) (Voir tableaux 14 et 15).

La richesse floristique de la flore adventice dans les différents traitements n'a pas été affectée par la concentration la plus faible (1%) des huiles des 3 plantes dans les deux ans successifs. Ainsi que, le même effet été observé chez l'HE de *S. calamintha* à 2% (**Annexe 11 ; Tableau 14 et 15**). Les micro-parcelles traitées par l'HE de *T. fontanesii* aux concentrations 2 et 3 % ont montré une faible réduction de l'indice de diversité floristique qui a une faible signification statistiquement (**Tableau 14 et 15**). Par ailleurs, aux mêmes concentrations (2 et 3%) l'effet semble significatif dans les micro-parcelles traitées par l'HE d'*E. citriodora* comparant aux témoins négatifs. L'indice de diversité floristique été plus faible chez Le traitement chimique (témoins positif) par rapport aux autres traitements (**Tableau 14 et 15**).

Le rendement par micro-parcelle (1m²) été faible chez les témoins négatifs par rapport au traitement herbicide qui a montré le poids le plus élevé. Les HEs ont montré des différents effets selon les concentrations. Durant l'année (2016/2017) et à la concentration 1 % des 3 huiles aucun effet significatif n'a été marqué, tandis que l'année d'après une faible signification été signalé chez l'HE de *T. fontanesii* et *E. citriodora*. Le rendement des micro-parcelles traitées par les 3 HEs à la concentration 2% apparaît faiblement significatif statistiquement (**Tableau 14 et 15**) ce qui est le même cas chez la concentration 3% de l'HE de *S. calamintha*. Les mélanges huileux de *T. fontanesii* et *E. citriodora* à la plus forte concentration (3%) ont montré une augmentation du rendement par rapport aux témoins positifs et aux faibles concentrations des HEs dans les deux ans successifs de l'expérimentation (**Tableau 14 et 15**).

Tableau 14. Effet des huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et *Eucalyptus citriodora* sur le recouvrement (%) et la richesse floristiques des adventice et le rendement (g) et le poids de mille graines (g) de blé dur (2016-2017).

Traitement		Recouvrement %	H'	Rendement (g)	Poids 1000 Graines (g)
Témoins	Témoin+	62.5 ± 2.14 a	2.22± 0.03 a	313.33± 30.2 a	44.02± 2.05 a
	Témoin-	0.83 ± 0.1 d	1.84±0.07 d	589.17± 2.35 b	60.08± 0.41 b
<i>T. fontanesii</i>	1%	53.33 ± 1.66 ab	2.61±0.04 a	341± 29.4 a	51.75± 1.2 ab
	2%	39.17 ± 5.58 c	2.16±0.08 ab	415.3± 23.5 ab	55.67± 2.17 b
	3%	20 ± 4.47 c	2.18±0.07ab	462.5± 52.6 b	56.67± 4.44 b
<i>S. calamintha</i>	1%	61.67 ± 2.1 a	2.11±0.02 a	335.33± 57 a	53.12± 0.97 ab
	2%	53.33 ± 1.66 ab	2.23±0.02 a	347.17± 27 ab	55.83± 1.6 b
	3%	53.33 ± 1.66 ab	2.23±0.03 ab	345.8± 30.1 ab	57.83± 1.6 b
<i>E. citriodora</i>	1%	61.67 ± 2.47 a	2.29±0.06 a	308.17± 14 a	51.58± 1.2 a
	2%	45 ± 1.29 b	2±0.05 bc	390.8± 24.8 ab	54.47± 0.41 b
	3%	17.5 ± 2.5 c	1.92±0.13 c	412.8± 15.6 ab	57.75± 2.7 b

H' : indice de diversité floristique de Shannon-Weaver. Témoin⁻¹ : l'Eau Distillé Stérile (EDS), Témoin⁻²: EDS contient 0.02% de Tween-20. Témoin⁺ : Herbicides Mustang® 360 SE + ACOPIC 240 EC. Les moyennes dans la même colonne suivies de la même lettre ne sont pas significativement différentes selon le test de comparaison de Tukey à un niveau de signification ≤ 0.05. Les valeurs avec ± représentent l'erreur standard.

Le poids de 1000 graines dans les différents traitements appliqués a montré une différence significative. Le poids le plus faible été noté chez les deux témoins négatifs cependant le désherbage chimique a montré le PM le plus élevé. D'autre part, l'ANOVA appliqué sur le PM des micro-parcelles traités par les 3 HEs aux concentrations 2 et 3% a montré un effet hautement significatif au cours des deux ans successifs de l'expérimentation (Voir tableaux 14 et 15).

Tableau 15. Effet d'huiles essentielles de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et *Eucalyptus citriodora* sur le recouvrement (%) et la richesse floristiques des adventice et le rendement (g) et le poids de mille graines (g) de blé dur (2017-2018).

Traitement		Recouvrement %	H'	Rendement (g)	Poids 1000 Graines (g)
Témoins	Témoin+	69.97 ± 1.54 a	2.89± 1.74 a	300.89 ± 38 a	46.01± 3.5 a
	Témoin -	0.95 ± 0.8 d	1.05±0.03 d	639.01± 3.5 b	61.85 ± 1.1 b
<i>T. fontanesii</i>	1%	56.15± 1.45 ab	2.55±1.01 a	398.2± 30.9 ab	50.2± 2.05 a
	2%	40 ± 2.31c	2.12± 0.95 ab	405.3± 29.8 ab	54.9± 0.6 b
	3%	24 ± 2.69 c	2.06± 1.12 b	501± 39.41 b	56.98 ± 2.1 b
<i>S. calamintha</i>	1%	66.5 ± 3.1 a	2.81± 0.8 a	345.13 ± 43.2 a	47.12± 2.52 a
	2%	52.89 ± 2.56 ab	2.54±0.91 a	351.03± 44.1 ab	53.93± 2.1 ab
	3%	56.5 ±2.12 ab	2.41± 1.45 ab	378.56± 29 ab	54.54± 0.4 b
<i>E. citriodora</i>	1%	66.9 ± 2.47 a	2.59± 1.2 a	378.23 ± 28.4 ab	50.86 ± 3.5 a
	2%	48.00 ±2.18 b	2.02± 1.61 b	433.2± 25.9 ab	55.31± 1.9 b
	3%	15.9 ± 2.89c	1.81± 1.09 c	553.13 ± 25.5 b	58.02 ± 2 b

H' : indice de diversité floristique de Shannon-Weaver. Témoin¹ : l'Eau Distillé Stérile (EDS), Témoin²: EDS contient 0.02% de Tween-20. Témoin⁺ : Herbicides Mustang® 360 SE + ACOPIE 240 EC. Les moyennes dans la même colonne suivies de la même lettre ne sont pas significativement différentes selon le test de comparaison de Tukey à un niveau de signification ≤ 0.05. Les valeurs avec ± représentent l'erreur standard.

III.2.4.1.2. Effet de la poudre des trois plantes sur l'émergence des adventices

L'effet de la poudre en fait dans chaque micro-parcelle sur le nombre totale des adventices et leur poids sec a montré une forte réduction qui est hautement significatif statistiquement, chez les trois plantes testées ainsi que chez toutes les doses utilisées (**Tableau 16**). Une réduction de plus de 50% chez la dose 1t/ha, plus de 70% chez la dose 2t/ha et plus

de 75% chez la dose la plus forte 4t/ha de nombre totale d'individus dans les micro-parcelles traités par les trois espèces étudiées. Le poids sec des adventices émergées dans les micro-parcelles traitées par les trois espèces aromatiques a présenté une réduction de plus de 57% à la plus faible dose, plus de 64% à la dose 2t/ha et plus de 75% à la dose la plus forte 4t/ha. La poudre de *T. fontanesii* a montré le plus fort taux de réduction de poids sec parmi les autres plantes dans toutes les doses (**Tableau 16**).

Tableau 16. Effet des différentes doses de la poudre de *Thymus fontanesii*, *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* et *Eucalyptus citriodora* enfouie dans le sol sur le nombre total d'adventices par micro-parcelle et leurs poids sec (g).

Traitement	Dose t/ha	Nombre total d'adventices	Poids sec (g)
Témoin	0	58,8 ± 5.96 a	20,212 ± 2.21 a
<i>T. fontanesii</i>	1	24,4 ± 3.99 b	7,182 ± 0.71 b
	2	16,8 ± 1.06 b	6,232 ± 0.39 b
	4	8 ± 2.02 b	2,562 ± 0.16 b
<i>S. calamintha</i>	1	23 ± 1.62 b	8,492 ± 1.76 b
	2	17,6 ± 2.56 b	7,15 ± 0.29 b
	4	13,4 ± 2.26 b	4,104 ± 0.32 b
<i>E. citriodora</i>	1	25,8 ± 2.54 b	8,852 ± 1.05 b
	2	17,6 ± 4.03 b	6,586 ± 0.57 b
	4	14,2 ± 2.5 b	4,964 ± 0.7 b

Les moyennes dans la même colonne suivies de la même lettre ne sont pas significativement différentes selon le test de comparaison de Tukey à un niveau de signification ≤ 0.05 . Les valeurs avec \pm représentent l'erreur standard.

DISCUSSION

IV. DISCUSSION

La phénologie étudiée de *S. arvensis* été plus avancé que celle de blé dur en atteignant les stades : développement des fruits, maturation des graines et sénescence 5, 8 et 7 semaines avant le blé dur, respectivement. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Dezfooli, (2000) qui a trouvé que la floraison et la maturité chez l'adventice ont précédé celles du blé. En outre, la même constatations été trouvé par Fogg, (1950), où une maturité précoce des fruits de *S. arvensis* dans le champ de blé été enregistré par rapport à celle de la culture.

L'étude de la variabilité génétique des populations de *S. arvensis* à l'aide de la génétique quantitative peut améliorer notre compréhension de la dispersion et de la propagation des adventices et de l'adaptation potentielle aux habitats des cultures. En combinant les approches des 2 études, les résultats montrent: (1) une absence de différenciation génétique des caractères quantitatifs entre et au sein des populations C et N de *S. arvensis*, (2) un fort effet régional pour la plupart des caractéristiques des plantes pour les deux types d'habitats qui sont en corrélation avec les gradients longitudinaux de température et de précipitations, et (3) une absence de résistance contre l'herbicide inhibiteur de l'ALS à un niveau de détection de 10%. Ces résultats sont discutés ci-dessous à la lumière de la littérature publiée sur la dispersion des adventices et la résistance aux herbicides, ainsi que des implications de gestion.

La première étude a révélé une absence de différenciation pour la plupart des caractères quantitatifs entre les populations de *S. arvensis* collectées dans les deux habitats. Cette absence d'adaptation aux habitats des cultures suggère un flux génétique élevé entre les deux types d'habitats en raison de la proximité (≤ 2 km) des populations d'habitat C et N (Vigueira et al., 2013; Hermanutz & Weaver, 1996). Cela permet la dispersion naturelle des graines et des pollens entre les types d'habitats, ainsi que la dispersion artificielle des graines après les activités de moisson. Le transport des boules de paille contenant auparavant des résidus d'adventices des champs de blé vers les fermes d'élevage peuvent disperser les graines des adventices dans les champs non cultivés adjacents (Glasner et al., 2019). De plus, le pâturage libre des ruminants dans le champ de culture après la récolte entraîne le transport des graines d'adventices vers les zones non cultivées du territoire de la ferme (Petit et al. 2012). Selon Janzen (1984), les herbivores de plus grande taille sont responsables de la dispersion des petites graines, une interaction qui se produit probablement depuis des millions d'années, entraînant une dispersion efficace des graines vers des sites nouvellement ouverts à la

colonisation dans une grande variété de types d'habitats. Contrairement à notre hypothèse (variance génétique faible ou absente dans les caractères quantitatifs des populations d'habitat C), aucune différence significative n'a été trouvée dans la variation au sein de la population et entre les deux types d'habitats. Cela peut être dû à l'argument discuté ci-dessus selon lequel le flux génétique entre les deux types d'habitats est susceptible d'être élevé. Cette absence de variation entre les deux habitats indique la dispersion des graines de l'adventice des habitats agricole (C) aux habitats non agricole (N) traduisant l'effet des agroécosystèmes sur les espèces adventices (Steinger et al., 2002).

Le fait que la phénologie de *Ambrosia artemisiifolia* L. ne diffère pas entre les habitats rudéraux et agricoles indique que la sensibilité phénologique est plutôt modifiée par les conditions environnementales, comme la température, que par une intervention de gestion dans l'habitat de culture (Leiblein-Wild & Tackenberg, 2014). Ce résultat est en ligne avec la tendance climatique observée dans le temps phénologique évaluée dans notre étude sous serre (**Figure 6**). De plus, aucun effet du type d'habitat sur le taux de germination n'était trouvé, ce qui est conforme aux résultats de Hantsch et al. (2013), qui n'ont trouvé aucun effet de type d'habitat en comparant les caractéristiques de germination de *Senecio vernalis* Waldst. & Kit. des bords de route, des bordures de champs, des gravières, des fosses d'argile et de sable et des prairies semi-sèches. De plus, les valeurs de la Q_{ST} ont révélé une très faible divergence génétique entre les deux types d'habitats. De même, Dodet (2009) a trouvé une faible variabilité génétique et une faible variation au sein de la population de *Cyperus esculentus* L., suggérant de nombreuses nouvelles infestations par des échanges de matériaux dus aux machines agricoles des zones infestées aux zones non infestées. Dans la présente étude, seul le poids sec se différencie entre les habitats où la biomasse a été plus élevée chez les plantes des populations C. Cela peut s'expliquer par une disponibilité accrue d'azote dans les habitats C, entraînant l'effet maternel environnemental (Leiss & Müller-Schärer, 2001; Leiblein-Wild & Tackenberg, 2014; Neve et al., 2018).

Malgré que les études de phénotypage suivies des analyses génétiques quantitatives est une approche efficace pour évaluer la variation inter et intra-population et la diversité des populations (Steinger et al., 2002), les processus évolutifs à l'origine des variations phénotypiques (sélection naturelle par rapport à la dérive génétique) reste inestimable. Coupler notre approche Q_{ST} avec une étude de marqueurs moléculaires neutres (F_{ST}) permettra de mieux la distinction de ces processus évolutifs (Leinonen et al., 2013), et ainsi à mieux comprendre le manque de différenciation génétique retrouvé dans notre étude. En outre, les

mesures des caractères phénotypiques devraient également être étendues dans les études futures, tout en incluant des traits reproductifs.

Des différences globales entre les régions ont été trouvées pour plusieurs caractères (taux de germination, la taille des graines, la taille finale, le RGR et les stades phénologiques). À l'exception de la taille finale, la variation constatée entre les régions a suivi un gradient climatique Est-Ouest. Dans l'ensemble, les populations récoltées dans les régions d'Ouest ont montré une phénologie plus avancée et des taux de croissance relatif plus rapides, une taille des graines plus petite et des taux de germination plus élevés que les populations des régions d'Est. Les populations C et N sont concernées, à l'exception du RGR des populations N et du taux de germination des populations C pour lesquelles aucun effet climatique significatif n'a été constaté. L'adaptation à de tels gradients a été trouvée à plusieurs reprises. Par exemple, Murray et al. (2003) ont trouvé des graines de plus grande taille avec une aridité locale croissante pour plusieurs espèces de *Glycine* en Australie, et Volis & Bohrer (2013) ont signalé une sélection pour des graines de taille plus grande dans des environnements avec des précipitations constamment faibles, tandis que, sous des précipitations faibles et très fluctuantes, des petites ou des grandes graines peuvent être trouvés. Ces résultats concordent donc avec la plus grande taille des graines des populations de *S. arvensis* trouvées dans les régions d'Est (**Annexe 1**). De même, une germination et une croissance plus rapides, ainsi qu'une phénologie plus avancée observée dans les populations des régions tempérées peuvent également être sélectionnées dans des conditions plus humides. Il a été généralement constaté que des températures plus chaudes accélèrent la phénologie des organismes dans le monde entier, par exemple, Park et al. (2018) trouvent le même résultat pour 7000 spécimens d'herbier représentant 30 espèces végétales dans l'est des États-Unis. Nos résultats montrent que la phénologie est plus avancée dans les régions d'Ouest que dans les régions d'Est, ce qui peut être dû à d'autres contextes environnementaux spécifiques dans ces régions. Il a été signalé que les graines les plus petites ont un taux de croissance relatif plus élevé (Turnbull et al., 2012), ce qui est conforme à nos résultats, mais un RGR plus rapide dans des conditions plus humides n'a été trouvé que pour les populations C. Ainsi, les populations C ne diffèrent pas dans leur RGR le long du gradient climatique, ce qui peut être dû au fait que les plantes de l'habitat C sont également affectées par les pratiques agricoles (Neve et al., 2009) qui favorisent un RGR plus rapide et expliquent la biomasse élevée des populations d'habitat C par rapport à l'habitat N. Le manque de signification de la différence de RGR entre les types d'habitats pourrait être dû au faible nombre des plantes par population.

La résistance des adventices aux deux herbicides testés dans notre étude a été déjà signalée dans les pays méditerranéens. D'où, Papapanagiotou et al. (2019) ont trouvé que trois populations sur huit dans le nord de la Grèce montrent un niveau élevé de résistance au florasulam + 2,4-D même à 8 fois la dose recommandée sur les plantules au stade 2-3 feuilles. De plus, quatre des 68 populations de *Bifora radians* M. Bieb. au centre de la Turquie se sont révélés résistants à l'amidosulfuron + iodosulfuron-méthyl-sodium selon des évaluations visuelles et des analyses moléculaires (Altop et al., 2017).

Dans notre analyse préliminaire, aucun signe de résistance de *S. arvensis* au Sekator® OD n'a été trouvé dans les populations étudiées malgré le fait que plusieurs études ont montré une résistance de la moutarde des champs aux inhibiteurs de la ALS (Mithila & Hall, 2005; Christoffers et al., 2006; Szmigielski et al., 2015). Cela peut simplement s'expliquer par le faible nombre de plantes mères testées dans chaque population de la présente étude (10 plantes mères / population), résultant en un niveau de détection inférieur à 10%. Ainsi, la résistance peut bien exister à un niveau encore plus faible, car l'herbicide n'est appliqué dans les cultures de blé en Algérie que depuis 8 ans et une seule fois par saison, mais à plusieurs reprises sur le même site en raison de l'absence de rotation des cultures (Institut Technique des Grandes Cultures, Algérie, communication personnelle). Une autre raison de l'absence de résistance aux herbicides observée dans les plantes de notre étude peut être le fait que les plantes cultivées en serre sont plus sensibles aux herbicides par rapport aux conditions de plein champ (Dalton & Boutin, 2010). Pour confirmer la résistance aux herbicides, une étude dose-réponse en comparaison avec une population sensible et résistante connue sera clairement nécessaire. De plus, les graines de *S. arvensis* peuvent rester viables dans le sol pendant 60 ans (Warwick et al, 2000), ce qui augmente la chance de germination de graines après le traitement herbicide et donc l'apparition de l'espèce dans les champs de blé toute l'année (Moodie, 1997). En effet, à la suite d'application continue des herbicides: 2,4-D, Dalapon, Atrazine, Picloram et Trifluralin, des biotypes résistants de certaines espèces adventices n'ont été signalés qu'après 18, 9, 10, 25 et 10 ans, respectivement (LeBaron, 1991). La lutte chimique contre les adventices en Algérie commence pendant la saison hivernale au stade de 2 à 6 feuilles de la plupart des adventices des céréales (Nelson, 1980; Fenni et al., 2002; Souahi et al., 2016), donc la réémergence de *S. arvensis* après la pulvérisation d'herbicide est très probable en raison de son cycle de vie court d'environ 100 jours (Warwick et al, 2000; Guyot et al., 1962), permettant d'atteindre encore la maturité avant la culture. Mustang®360 SE a montré des symptômes de phytotoxicité plus avancée, une mortalité plus

précoce et donc une biomasse réduite des plantes par rapport à Sekator® OD. Nous attribuons cela au fait que le Mustang®360 SE est une combinaison d'inhibiteur de l'ALS et d'herbicide auxinique. Comme décrit par les fabricants, le Mustang®360 SE et Sekator® OD arrêtent la croissance des adventices en un et sept jours après leurs applications avec une suppression complète des adventices après 2-4 et 4-5 semaines, respectivement. Dans ce contexte, le nombre plus élevé de repousses observées après un traitement Sekator® OD suggère une efficacité plus lente par rapport au Mustang®360 SE.

Les analyses GC-FID et GC-MS ont montré des quantités élevées de monoterpènes oxygénés dans les trois HE. Le carvacrol étant le composant dominant dans *T. fontanesii*, ceci reste conforme aux résultats des études précédentes. Elles rapportent des teneurs élevées en carvacrol dans l'HE de *T. fontanesii* de différentes régions d'Algérie (Hazzit & Baaliouamer, 2009 ; Hazzit et al., 2009). Chez l'HE de *S. calamintha*, le 1,8-cinéole représente le composant majoritaire, contrairement aux résultats de Labiod et al. (2015) et Kerbouche et al. (2013). Ces derniers ont trouvé que le menthone (26,46%) provenant de *S. calamintha* subsp. *nepeta* du Nord-Est de l'Algérie) et le pulegone (39,5%) de la région de Blida sont les composés les plus abondants. Le citronellal est le composé le plus abondant (64,7%) suivi du citronellol (10,9%) de la totalité des constituants de l'HE de *E. citriodora*. La caractérisation chimique de l'huile de *E. citriodora* a déjà été étudiée par Tolba et al., (2015). Ils ont rapporté, pour les mêmes composants principaux, le citronellal et le citronellol d'huile d'eucalyptus citroné en Algérie, représentent respectivement 69,77% et 10,63%. De plus, Ootani et al. (2017) ont trouvé que le citronellal représente 61,78% de l'HE totale de *E. citriodora*. Le citronellal suivi du citronellol sont les composants les plus abondants d'HE de *E. citriodora* récoltés du Brésil en 2013 et 2014, mais avec une grande différence de concentrations entre les deux années (Filomeno et al., 2017). Les différences dans les concentrations de composés détectés peuvent être liées à de nombreux facteurs : situation géographique des plantes, conditions météorologiques et climatiques, variété et écotype de la plante, stade de récolte (Calo et al., 2015 ; Sharifi-Rad et al., 2017 ; Ootani et al., 2017). Non seulement les conditions de croissance peuvent affecter les quantités de composants des HEs, mais aussi les méthodes d'extraction peuvent en être également la cause (Calo et al., 2015).

Plusieurs études ont montré que les HEs riches en monoterpènes provoquaient une inhibition de la germination des graines d'adventices (Uremis et al., 2009 ; Amri et al., 2013).

La germination des graines de la majorité des espèces a été affectée aux faibles concentrations par contre la plus forte des concentrations a causé un effet hautement significatif chez toutes les espèces, de même que la longueur des racines et des plantules. Cette activité herbicide a été également constatée par Grosso et al. (2010) où les HEs de *Thymus vulgaris* et de *Satureja montana* montraient un effet négatif sur la germination des graines et la croissance des racines et des plantules de *Portulaca oleracea* et de *Vicia sativa*. Selon Tworkoski (2002), l'HE des deux labiées *Thymus vulgaris* et de *Satureja hortensis* a provoqué un effet phytotoxique élevé sur trois espèces nuisibles : *Chenopodium album*, *Ambrosia artemisiifolia* et *Sorghum halepense*. En outre, dans une autre étude l'HE de *Thymus vulgaris* a eu un effet inhibiteur élevé sur la germination de *Xanthium strumarium* et *Avena sterilis* (Uremis et al., 2009). Les HEs ont été analysés principalement pour connaître leur constitution et leurs composés principaux. Les résultats de la présente étude ont montré que les monoterpènes oxygénés constituaient la classe dominante en conformité avec les résultats de Azirak & Karaman (2008). Ils ont également montré que le carvacrol, le thymol et la carvone aux concentrations 0.00625%, 0.0125%, 0.025% et 0.05% provoquent une inhibition élevée de la germination même aux faibles concentrations des graines de *Sinapis arvensis*, *Sonchus oleraceus*, *Amaranthus retroflexus*, *Centaurea salsotitialis*, *Raphanus raphanistrum* et *Rumex nepalensis*.

D'après Amri et al. (2013), l'activité herbicide des HEs est liée à la présence de monoterpènes et de sesquiterpènes d'où, le 1,8-cinéole, le carvacrol, l' α -pinène, le limonène, le camphre et le thymol possède l'activité herbicide la plus forte. Romagni et al. (2000) ont constaté que le 1,8-cinéole entraînait une diminution de la croissance des racines et des taux de germination d'*Echinochloa crusgalli* et de *Cassia obtusifolia*. Le taux de germination de *Avena fatua* a été réduit de manière significative lorsqu'il est traité avec l'HE une autre *Lamiaceae* tel que *Thymus daenensis* avec la concentration la plus faible testée (0.0002 %) où le thymol et le carvacrol étant les deux principaux composants de l'huile (Kashkooli & Saharkhiz, 2014).

Par ailleurs, Ben Ghnaya et al., (2013), ont trouvé que l'HE de *Eucalyptus erythrocorys* avec son composé principal 1,8-cinéole (54,8%) a empêché la germination de *S. arvensis* et de *Phalaris canariensis* à une concentration en huile de 1,5 μ l/ml. Un bio-essai en post-émergence a montré que le 1,8-cinéole a inhibé l'élongation des plantules et des racines de *Lolium rigidum* à une concentration égale ou supérieure à 0,1mol/l (Barton et al., 2014). En plus et, conformément à nos résultats, Batish et al. (2004) ont constaté que l'HE de *E.*

citriodora à différentes concentrations inhibe la germination des graines de *Cassia occidentalis*, *Amaranthus viridis* et *Echinochloa crus-galli*.

Un effet allélopathique négatif de cette dernière a été également détecté par Setia et al. (2007) sur *Bidens pilosa*, *Amaranthus viridis*, *Rumex nepalensis* et *Leucaena leucocephala*, où l'huile inhibe largement la germination et la hauteur des plantules à des concentrations comprises entre 0,0012 et 0,06%. Plus précisément, ce potentiel inhibiteur de germination peut être expliqué par l'activité herbicide de son composé principal, d'où le citronellal pur était plus efficace pour réduire la germination des graines des espèces adventices suivantes : *Digitaria horizontalis* et *Cenchrus echinatus* par rapport à l'HE d'*E. citriodora* (Ootani et al., 2017). Par ailleurs, la racine est le premier organe absorbant les molécules allélochimiques dans l'environnement qui inhibe directement la division cellulaire dans les méristèmes apicaux de l'extrémité de la racine (Cheng et al., 2015)

Les symptômes phytotoxiques (flétrissement, chlorose des feuilles, taches nécrotiques et dessiccation) apparus sur les plantes au stade 3 à 4 feuilles dans notre étude après le traitement ont révélé que les trois HES étudiées, comme d'autres herbicides, peuvent causer des dommages graves aux adventices. Parallèlement à nos résultats, une étude faite par Tworkoski (2002), a montré que l'HES de *Thymus vulgaris*, *Satureja hortensis*, *Syzygium aromaticum* et *Cinnamomum zeylanicum* ont provoqué de graves lésions visibles conduisant à la mort des plantes après une journée de traitement sur *Chenopodium album*, *Ambrosia artemisiifolia* et *Sorghum halepense*. Le traitement de *Lolium multiflorum* et de *Echinochloa crus-galli* avec l'HE de *Satureja montana* où le carvacrol et le thymol étaient les composants principaux, a montré une forte atteinte phytotoxique sur les plantules, même à de très faibles concentrations (Ibáñez & Blázquez, 2018).

Des travaux antérieurs ont confirmé que l'huile de *E. citriodora* provoque des dommages visibles sur les adventices, où, le traitement des plantes de *Phalaris minor* a causé des symptômes sévères, tels que la chlorose, la nécrose, le flétrissement et même la mort totale des plantes (Batish et al., 2007). En outre, cette dernière a causé la mort totale de plantes de *Parthenium hysterophorus* âgées de 4 semaines, traitées aux concentrations de 75 et 100 µl/ml (Singh et al., 2005). Par ailleurs, l'HE de deux biotypes de *E. citriodora* présentait le citronellal comme composé principal : 61,78% (Batish et al., 2004) et 75% (Ootani et al., 2017) a montré un effet herbicide remarquable sur les espèces adventices au stade quatre feuilles, ce qui est semblable à nos résultats.

La réduction de la teneur en chlorophylle est conforme aux rapports précédents montrant que les HE riches en monoterpènes oxygénés en sont les responsables et interfèrent avec l'appareil photosynthétique des plantes (Singh et al., 2002 ; Batish et al., 2007 ; Kaur et al., 2010). Selon Hazrati et al. (2017), l'HE de *Satureja hortensis* a provoqué une réduction considérable de la chlorophylle totale des plantes de *Amaranthus retroflexus* et de *Chenopodium album* au stade 2-4 vraies feuilles.

Le présent résultat est cohérent avec les recherches précédentes qui avaient rapporté une forte diminution de la teneur en chlorophylle chez *Cassia occidentalis* (Batish et al., 2004), *Phalaris minor* (Batish, et al., 2007), *Bidens pilosa*, *Amaranthus viridis*, *Rumex nepalensis* et *Leucaena leucocephala* (Setia et al., 2007), traités avec l'HE de *E. citriodora*.

L'HE de thym a montré la réduction la plus forte chez toutes les adventices et à toutes les concentrations suivi d'HE d'eucalyptus qui elle, est responsable d'une réduction significative quelques soient les concentrations sauf chez *X. strumarium* pour lequel, la plus faible (1%) ne pouvait l'affecter. L'HE de la sarriette a révélé la réduction la plus faible mais qui est statistiquement significative sauf chez *S. arvensis* aux concentrations 1 et 2%. Les principaux composés des trois huiles, le carvacrol, le 1,8-cinéole et le citronellal ont été identifiés parmi les composés des HEs responsables de la réduction de la teneur en chlorophylle chez de nombreuses espèces adventices (Romagni et al., 2000 ; Singh et al., 2002 ; Hazrati et al., 2017 ; Ootani et al., 2017). Dans notre étude, l'effet des huiles sur le fonctionnement de l'appareil photosynthétique est clairement liée aux pourcentages de ces composant dans chaque huile où l'HE de *S. calamintha* a présenté le pourcentage le plus faible (1,8-cinéole =28.4%) par rapport aux composant totale de l'huile.

Selon des travaux antérieurs, la diminution de la teneur en chlorophylle pourrait être provoquée par l'action des monoterpènes oxygénés qui interfèrent avec la machinerie photosynthétique des plantes et empêchent la synthèse de la chlorophylle ou stimulent sa dégradation (Zhou & Yu., 2006), ou plus particulièrement par la capture d'électrons lors de la (Vaid et al., 2016).

De plus, la perméabilité membranaire modifiée par les HEs peut affecter tous les autres processus physiologiques et biochimiques liés au fonctionnement de la membrane (Kaur et al., 2010). Dans la présente étude, les résultats sont en accord avec ceux de Tworkoski (2002), qui ont constaté que les HEs de *Thymus vulgaris*, de *Satureja hortensis*, de

Syngium aromaticum et de *Cinnamomum zeylanicum* aux concentrations 1 et 2% augmentent la perméabilité membranaire des feuilles de *Taraxacum officinale*. Cependant, *A. fatua* et *X. strumarium* n'ont pas montré de sensibilité à l'égard de l'HE de *S. calamintha*, ce qui semble être en partie différent des travaux précédents des auteurs qui indiquent qu'une forte présence de monoterpènes dans les HEs inhibe la croissance des plantes à cause des fuites d'électrolyte (Tworkoski, 2002 ; Batish et al., 2007 ; Kaur et al., 2010).

Cet effet peut être dû au fait que les membranes cellulaires des deux espèces adventices ne sont pas sensibles à l'HE de *S. calamintha* contrairement aux autres espèces. L'augmentation significative de la conductivité du milieu de bain des tissus des adventices est similaire aux résultats de Hazrati et al. (2017). Ils ont montré que l'HE de *Satureja hortensis* entraîne une perturbation significative et une augmentation de la perméabilité de la membrane cellulaire chez *Amaranthus retroflexus* et *Chenopodium album*, pour lesquels le carvacrol (55,6%) et le γ -terpinène (31,9%) étaient les composants principaux.

De nombreuses études ont prouvé que l'HE de *E. citriodora* perturbe l'intégrité de la membrane et, par conséquent, augmente sa perméabilité (Batish et al., 2007 ; Singh et al., 2005 ; Chaturvedi et al., 2012). En outre, une étude antérieure a démontré que le citronellal provoque une fuite d'électrolyte rapide dans le tissu foliaire de nombreuses espèces adventices et que cette rapidité était liée à la détérioration rapide de la membrane plasmique (Singh et al., 2006).

Le blé dur traité par les différents mélanges huileux et leurs concentrations, n'a montré aucun effet significatif de phytotoxicité. Des études ont démontré que l'HE de *E. citriodora* et de nombreuses plantes aromatiques riches en monoterpènes oxygénés sont moins phytotoxiques pour les espèces cultivées et plus efficaces à l'égard des espèces adventices (Batish et al., 2004 ; Singh et al., 2005; Tolba et al., 2015; Calo et al., 2015; Synowiec et al., 2016; Sharifi-Rad et al., 2017). En outre, selon Batish et al. (2006), l'effet inhibiteur de l'HE de *E. citriodora* sur la longueur des plantules est plus important chez les espèces adventices (*Amaranthus viridis* et *Echinochloa crus-galli*) que chez les espèces cultivées (*Triticum aestivum* et *Oryza sativa*).

L'étude du potentiel herbicide des trois huiles essentielles *in situ* a montré que l'activité herbicide des HEs et les concentrations en ordre croissant sont corrélées. La concentration 1% a montré une très faible efficacité sur le recouvrement et la richesse floristiques des

adventices, le rendement et le poids de mille graines de blé dur tandis que la concentration 3% a une signification herbicide pour tous les paramètres étudiés.

Nos résultats sont proches de ceux de Batish et al. (2004). Le traitement des adventices en plein champs par l'HE de *E. citriodora* a montré des dommages visibles sur les espèces adventices traités, où 80% de lésions sont observés à la concentration de 5% de l'huile tandis que de très faible effet sont remarqués à des concentrations inférieures (0.5 et 1.0%) de l'huile.

Les propriétés physiques et chimiques de l'HE (la volatilité élevée et la faible solubilité dans l'eau), forment une difficulté pour leur utilisation comme herbicides naturels sans une formulation étudiée. Par conséquent, l'efficacité des HEs en plein champ est meilleure avec une émulsion appropriée (Synowiec et al. 2019). Comme le montrent Hazrati et al. (2017), l'HE de *Satureja hortensis* appliquée sous forme de nanoémulsion huile-dans-eau, avec 2% de Tween 80, présente des propriétés physiques adéquates et un fort potentiel phytotoxique sur la germination et le début de croissance de *Amaranthus retroflexus* et de *Chenopodium album*.

Dans notre étude, la différence remarquable entre le recouvrement et la richesse floristiques des adventices, le rendement et le poids de mille graines de blé dur dans les micro parcelles traitées par les deux herbicides chimique et les microparcelles traitées par les HEs est peut être dû à l'absence d'une formulation adéquate (utilisation d'adjuvant) de ces derniers. Les adjuvants, sont des substances qui renforcent l'action des produits phytosanitaires en augmentant le pouvoir d'absorption du produit par la plante et renforcent la toxicité de la matière active de l'herbicide en facilitant leur entrée dans les tissus des plantes adventices (Xu et al., 2010).

Dans une étude récente réalisée par Synowiec et al. (2019), l'utilisation de l'adjuvant commercial multifonctionnel (adjuvant ATPOLAN BIO 80 EC) a augmenté l'effet de l'HE de *Mentha×piperita* L. et *Carum carvi* L. à une concentration de 2.5 % dans la culture de maïs. Cette formulation a contrôlé l'adventice de maïs (*Echinochloa crus-galli* L.) en induisant des lésions foliaires et en détruisant le photosystème II chez l'adventice, mais aucune phytotoxicité sur la culture n'a été marquée. L'évaluation des composants chimiques responsables de l'activité de l'huile est nécessaire. L'étude menée par Giepen et al. (2014) a montré que le traitement des adventice dans la culture de soja par l'HE de *Pinus sylvestris* et

son composant majoritaire le d-Limonene, après leur formulation, a montré une augmentation de rendement de plus de 1.5 t/ha.

L'évaluation de l'efficacité herbicide des extraits aqueux des plantes ou de leurs poudre enfouit directement dans le sol est préalablement effectué avec les genres des espèces étudiées *Thymus* (Balah & Latif, 2013), *Satureja* (Taban & Saharkhiz, 2015) et *Eucalyptus* (Javaid et al., 2006). Les trois doses utilisées dans une de nos études (1, 2 et 4 t/ha) ont montré un effet hautement significatif sur l'émergence des adventices et leur poids sec. Cette constatation est en accord avec les résultats de Puig et al. (2013) qui ont trouvé que l'enfouissement des feuilles fraîches de *Eucalyptus globulus* Labill. dans le sol sous forme d'engrais vert réduise fortement l'émergence et le poids sec d'*Echinochloa crus-galli* et *Digitaria sanguinalis*. En outre, Taban & Saharkhiz (2015) suggèrent que les extraits aqueux et les poudres de feuilles séchées des trois espèces de *Satureja* (*S. khuzestanica*, *S. bachtiarica* et *S. rechingeri*) ont une activité herbicide puissante et pourraient être utilisées comme herbicides naturels pour le contrôle des adventices en agriculture durable.

L'extrait aqueux de *Thymus vulgaris* et *Calendula officinalis* a montré une efficacité de gestion de *Lolium multiflorum* et *Phalaris paradoxa* à une dose de 20 mg/ml sans induire des pertes chez le blé tendre, tandis que la dose 40 mg/ml a affecté négativement les adventices et le blé (Balah & Latif, 2013). Les mêmes doses utilisées dans notre étude (1, 2 et 4 t/ha) de la poudre de feuilles de *Tagetes minuta* contre *C. rotundus* et *E. crus-galli* dans un champ de riz réduisent considérablement l'émergence et la croissance des espèces adventices même aux doses les plus faibles alors qu'aucune phytotoxicité n'a été marqué chez la culture (Batish et al., 2007).

**CONCLUSION, MESURES
DE GESTION ET
PERSPECTIVES**

V. CONCLUSION, MESURES DE GESTION ET PERSPECTIVES

Les populations de *S. arvensis* étudiées ont montré une différenciation génétique entre les régions, mais une forte similitude entre les deux types d'habitats dans la même région suggérant un flux de gènes important à travers le pollen ou les graines entre les types d'habitats adjacents, mais cette propagation se fait de l'habitat agricole à d'habitat non agricole car la variation à l'intérieur des deux populations d'habitat était très faible.

Cela permet de tirer des recommandations de gestion plus spécifiques afin de réduire les densités de *S. arvensis* dans les deux habitats. Nos résultats témoignent la gestion de cette adventice par les herbicides. Cependant, l'application continue des mêmes matières actives dans les mêmes champs devrait sélectionner des biotypes résistants aux herbicides dans un proche avenir. Des mesures préventives pour réduire les densités de *S. arvensis* dans les habitats agricoles sont donc nécessaires. Premièrement, la propagation des graines de la culture vers les habitats adjacents pourrait être réduite en protégeant mieux les boules de paille contre la perte de graines des adventices lorsqu'elles sont transportées hors des champs des céréales, et en restreignant le pâturage des ruminants dans les champs après la récolte. Une fois établis dans des habitats non agricoles adjacents, elles peuvent réinfester les champs des céréales par une dissémination naturelle ou par les facilités d'activités agricoles. De plus, en sursemant des graminées ou des légumineuses indigènes plus compétitives et adaptées localement pourra mettre davantage l'accent sur une meilleure gestion des populations de *S. arvensis* à haute densité. Chaque culture applique un ensemble unique de contraintes biotiques et abiotiques à la communauté des adventices où elles favorisent la croissance de certaines espèces tout en inhibant celle des autres (Nichols et al., 2015). Le changement de culture, fournit aux agriculteurs de bonnes opportunités pour empêcher la moutarde des champs de compléter son cycle végétatif spécialement dans les champs de blé où l'utilisation d'une culture à cycle variable, des dates de semis, des dates de récolte, de travail du sol et de gestion d'adventices limitent l'évolution des adventices adaptées à la monoculture (Liebman & Staver 2001; Nichols et al., 2015). Contrôler efficacement les adventices dans les cultures sans favoriser la résistance aux herbicides implique l'utilisation réfléchie de mesures préventives, chimiques et physiques de lutte. En plus, un régime de rotation des cultures permet le traitement par des herbicides avec différents ingrédients actifs et pour différentes périodes d'interventions de gestion.

L'utilisation des herbicides d'origine végétale présente de nombreux avantages écologiques qui ne peuvent être ignorés. Dans la présente étude les HEs de *T. fontanesii*, *S. calamintha* et *E. citriodora* ainsi que leurs poudres enfouies dans le sol montrent une forte activité herbicide à l'égard des espèces adventices. La germination et la longueur des racines et des plantules des adventices ont été fortement affectés par toutes les concentrations. Tandis que des concentrations (0.03%) plus fortes ont été nécessaires pour une activité herbicide totalement efficace sur les plantes parasites. Les plantules au stade 3-4 feuilles traitées par les différents mélanges huileux ont montré des symptômes visibles de phytotoxicité après 6 jours de traitement. Le fonctionnement de l'appareil photosynthétique et l'intégrité de la membrane plasmique ont été fortement touchés par les différentes concentrations des 3 HEs. Néanmoins, le blé dur a montré une forte résistance vis-à-vis les traitements utilisés. En plein champs, seules les concentrations les plus fortes de chaque HE montrent des effets proches de traitement chimique (herbicide anti-dicotylédones+ anti-monocotylédones) sur la densité (recouvrement) et la richesse des adventices dans la culture et sur le rendement et le poids de mille graines de blé dur.

Sur la base des résultats obtenus dans cette étude, on peut conclure que les trois HEs possèdent une activité herbicide à l'égard des espèces de différentes familles botaniques et peuvent être utilisées comme herbicide naturel. Cependant, il serait intéressant, d'élargir le spectre des recherches et d'évaluation de :

- l'activité phytotoxique des trois HEs et extraits aqueux envers les plantes cultivés et même de repérer la concentration et/ou la dose adéquate pour contrôler les adventices mais pas la culture.

- l'activité herbicide d'une huile essentielle ou d'un extrait aqueux, par l'isolement de ou des molécules actives qui en sont responsables de leurs potentiel herbicide et les tester séparément sur les adventices et les plantes cultivées. Ceci permettrait d'obtenir un mode opératoire plus approprié.

- la formulation des huiles essentielles ou leurs composants à potentiel herbicide pour minimiser le dégagement des herbicides pendant et après l'application avec des adjuvants qui sont utilisés comme anti-évaporant d'où leur capacité de diminuer l'évaporation de l'eau et leur capacité d'assurer le contact herbicide-plante cible.

Notre étude d'évaluation du potentiel herbicide des trois espèces aromatiques ouvre la voie pour d'autres études expérimentales sur ces HEs et sur leurs composants, leurs

formulations en tant que herbicide et leurs applications en plein champs en présence des cultures.

L'étude de l'effet de ces produits naturels sur les différents microorganismes du sol, les différentes espèces polinisatrices, les différents agents pathogènes des cultures et les différents ravageurs des plantes dans une approche à venir sera nécessaire. En Algérie, ce type d'approche doit prendre une large place dans les secteurs scientifiques et de recherche pour une bonne valorisation de la flore algérienne, pour l'élaboration des bioherbicides et donc pour l'obtention de produits certifiés bio sur les marchés.

RÉFÉRENCES

RÉFÉRENCES

- Abd El Azim W.M., Balah M.A., 2016. Nanoemulsions formation from essential oil of *Thymus capitatus* and *Majorana hortensis* and their use in weed control. *Indian Journal of Weed Science*, 48: 421-427.
- Adahl E., Lundberg P., Jonzan N., 2006. From climate change to population change: the need to consider annual life cycles. *Global Change Biology*, 12: 1627-1633.
- Adams R.P., 2007. Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry. 4^{ème} Ed., Allured Publ Corp, USA, 804p.
- Albert C.H., Grassein F., Schurr F.M. *et al.*, 2011. When and how should intraspecific trait variability be considered in plant ecology? *Perspectives in Plant Ecology Evolution and Systematics*, 13: 217-225.
- Alex J.F. 1970. Competition of *Saponaria vaccaria* and *Sinapis arvensis* in Wheat. *Canadian Journal of Plant Science*, 50: 379-388.
- Altop E.K., Mennan H., Işık D., 2017. Buğday ekim alanlarında sorun olan *Bifora radians* Bieb. (Kokarot)'in ALS inhibitörü herbisitlere dayanıklılığının PCR temelli olarak belirlenmesi. *Anadolu Journal of Agricultural Sciences*, 32: 153-163.
- Ambarish S., Biradar A.P., Jagginavar S.B., 2017. Phytotoxicity and their bio-efficacy of pesticides against key insect pests of Rabi sorghum [*Sorghum bicolor* (L.) Moench]. *Journal of Entomology and Zoology Studies*, 5: 716-720.
- Amri I., Hamrouni L., Hanana M., Jamoussi B., 2013. Reviews on phytotoxic effects of essential oils and their individual components: news approach for weeds management. *International Journal of Applied Biology and Pharmaceutical Technology*, 4: 96-114.
- Anderson E.G., 1956. What Weeds Cost us in Canada. Scientific Server, Ottawa, 15p.
- Azirak S., Karaman S., 2008. Allelopathic effect of some essential oils and components on germination of weed species. *Acta Agriculturae Scandinavica, Section B (Acta Agriculturae Scandinavica B)*, 58: 88-92.
- Babushok V.I., Linstrom P.J., Zenkevich I.G., 2011. Retention indices for frequently reported compounds of plant essential oils. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*. 40: 1-47.
- Baier F., Jedinger M., Gruber E., Zaller J.G., 2016. Temperature-dependence of glyphosate-based herbicide's effects on egg and tadpole growth of common toads. *Frontiers in environmental science*, 4: 51. doi: 10.3389/fenvs.2016.00051.
- Bailey K.L., Boyetchko S.M., Längle T., 2010. Social and economic drivers shaping the future of biological control: A Canadian perspective on the factors affecting the development and use of microbial biopesticides. *Biological Control*, 52: 221-229.

- Balah M.A., Latif H.H., 2013. Biochemical alterations in wheat seedlings and some weeds related to allelopathic potential of some medicinal plants. *Bulgarian Journal of Agricultural Science*, 19: 1236-1246.
- Barton A.F.M., Clarke B.R., Dell B., Knight A.R., 2014. Post-emergent herbicidal activity of cineole derivatives. *Journal of Pest Science*, 87: 531-541.
- Başer K.H.C., Buchbauer G., 2010. Essential oils science, technology, and applications. CRC Press, New York, 1098p.
- Bates D., Maechler M., Bolker B., Walker S., 2015. Fitting linear mixed-effects models using lme4. *Journal of Statistical Software*, 67: 1-48.
- Batish D.R., Setia N., Singh H.P., Kohl R.K., 2004. Phytotoxicity of lemon-scented eucalypt oil and its potential use as a bioherbicide. *Crop Protection*, 23 : 1209-1214.
- Batish D.R., Singh H.P., Kohli R.K., Kaur S., 2008. *Eucalyptus* essential oil as a natural pesticide. *Forest Ecology and Management*, 256: 2166-2174.
- Batish D.R., Singh H.P., Setia N., Kohli R.N., Kaur S., Yadav S.S., 2007. Alternative control of littleseed canary grass using eucalypt oil. *Agronomy for Sustainable Development*, 27: 171-177.
- BBCH: Biologische Bundesanstalt, Bundessortenamt and Chemical Industry, 2001. Growth stages of mono- and dicotyledonous plants. 2^{ème} Ed., Monograph, Berlin, 166p.
- Beckie H.J., Tardif F.J., 2012. Herbicide cross resistance in weeds. *Crop Protection*, 35: 15-28.
- Ben Ghnaya A., Hanana M., Amri I., et al., 2013. Chemical composition of *Eucalyptus erythrocorys* essential oils and evaluation of their herbicidal and antifungal activities. *Journal of Pest Science*, 86: 571-577.
- Benniou R., Souadia D., Nasri H. et al., 2016. Étude de l'effet de semis direct sur la dynamique des adventices en fonction de l'assolement culturale en milieu semi-aride. Cas de la région de Ouled Mansour M'sila. *Revue Agriculture*, 1: 246-253.
- Benslimane H., Lamari L., Benbelkacem A. et al., 2011. Distribution of races of *Pyrenophora tritici-repentis* in Algeria and identification of a new virulence type. *Phytopathologia Mediterranea*, 50 : 203-211.
- Berrows G.E., Tyrl R.J., 2013. Toxic plants of North America. 2^{ème} Ed., Wiley-Blackwell, Iowa, 1289p.
- Bhadoria P.B.S., 2011. Allelopathy: a natural way towards weed management. *American Journal of Experimental Agriculture*, 1: 7-20.
- Bingham R., King P., Keck A.G., 2017. An investigation of trade-offs in herbicide resistant *Brassica rapa*: effects on pollen and ovule production, biomass and development. *American Journal of Environmental Sciences*, 13: 22-29.

- Blázquez M.A., 2014. Role of natural essential oils in sustainable agriculture and food preservation. *Journal of Scientific Research & Reports*, 3: 1843-1860.
- Bo Bo A., Khaitov B., Umurzokov M., Cho K.M., Park K.W., Choi J.P., 2020. Biological control using plant pathogens in weed management. *Weed & Turfgrass science*, 9: 11-19.
- Bommarco R., Lönn M., Danzer U. et al., 2010. Genetic and phenotypic differences between thistle populations in response to habitat and weed management practices. *Biological Journal of the Linnean Society*, 99: 797-807.
- Boudy P., 1955. Économie forestière nord-africaine : description forestière de l'Algérie et de la Tunisie, Larose, Paris, Tome IV, 826p.
- Byrne R., Spink J., Freckleton R. et al., 2018. A critical review of integrated grass weed management in Ireland. *Irish Journal of Agricultural and Food Research*, 57 : 15-28.
- Cai X., Gu M., 2016. Bioherbicides in organic horticulture. *Horticulturae*, 2: 1-10.
- Calo J.R., Crandall P.G., O'Bryan C.A., Ricke S.C., 2015. Essential oils as antimicrobials in food systems – A review. *Food Control*, 54: 111-119.
- Carter E.D., 1975. The potential for increasing cereal and livestock production in Algeria. Centro Internacional de Mejoramiento de Maíz y Trigo, Mexico City, 54p.
- Chandler D., Bailey A.S., Tatchell G.M., Davidson G., Greaves J., Grant W.P., 2011. The development, regulation and use of biopesticides for integrated pest management. *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Science*, 366: 1987-1998.
- Chaturvedi S., Pandey J., Dhyani V.C., Guru S. K., Kaushal R., 2012. Phytotoxic potential of Eucalyptus leaf essential oil to control *Parthenium hysterophorus* L. *Allelopathy Journal*, 29: 315-324.
- Cheng F., Cheng Z., 2015. Research progress on the use of plant allelopathy in agriculture and the physiological and ecological mechanisms of allelopathy. *Frontiers in plant science*, 6: 1-16.
- Chourghal N., Lhomme P., Huard F., Aidaoui A., 2015. Climate change in Algeria and its impact on durum wheat. *Regional Environmental Change*, 16: 1623-1634.
- Christoffers M.J., Nandula V.K., Howatt K.A. et al., 2006. Target-site resistance to acetolactate synthase inhibitors in wild mustard (*Sinapis arvensis*). *Weed Science*, 54: 191-197.
- Crespo-Herrera L.A., Crossa J., Huerta-Espino J. et al., 2018. Genetic Gains for grain yield in CIMMYT's semi-arid wheat yield trials grown in suboptimal environments. *Crop science*, 58: 1890-1898.
- Dąbrowska J.A., 2017. Known and unknown products from raw materials of plant origin. *World Scientific News*, 76: 23-28.

Dalton R.L., Boutin C., 2010. Comparison of the effects of glyphosate and atrazine herbicides on nontarget plants grown singly and in microcosms. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 29: 2304-2315.

Damalas C.A., Eleftherohorinos I.G., 2001. Dicamba and atrazine antagonism on sulfonylurea herbicides used for johnsongrass (*Sorghum halepense*) control in maize (*Zea mays*). *Weed Technology*, 15: 62-67.

Damalas C.A., Lithourgidis A., Eleftherohorinos I.G., 2012. *Echinochloa* species control in maize (*Zea mays* L.) with sulfonylurea herbicides applied alone and in mixtures with broadleaf herbicides. *Crop Protection*, 34: 70-75.

Darmency H., 2019. Does genetic variability in weeds respond to non-chemical selection pressure in arable fields? *Weed research*, <https://doi.org/10.1111/wre.12370>.

Dayan F.E., Duke S.O., 2010. Natural products for weed management in organic farming in the USA. *Outlooks on Pest Management*, 21: 156-160.

Dayan F.E., Duke S.O., Sauldubois A., Singh N., McCurdy C., Cantrell C., 2007. p-Hydroxyphenylpyruvate dioxygenase is a herbicidal target site for beta-triketones from *Leptospermum scoparium*. *Phytochemistry*, 68: 2004-2014.

Dayan F.E., Howell J.L., Marais J.P., Ferreira D., Koivunen M., 2011. Manuka oil, a natural herbicide with preemergence activity. *Weed Science*, 59: 464-469.

Dayan F.E., Owens D.K., Watson S.B., Asolkar R.N., Boddy L.G., 2015. Sarmentine, a natural herbicide from *Piper* species with multiple herbicide mechanisms of action. *Frontiers in Plant Science*, doi: 10.3389/fpls.2015.00222.

de Jesus O.N., de Freitas J.P.X., Dantas J.L.L., de Oliveira E.J., 2013. Use of morpho-agronomic traits and DNA profiling for classification of genetic diversity in papaya. *Genetics and Molecular Research*, 12: 6646-6663.

de Villemereuil P., Schielzeth H., Nakagwa S., Morrissey M., 2016. General methods for evolutionary quantitative genetic inference from generalized mixed models. *Genetics*, 204: 1281-1294.

Deng W., Yang Q., Zhang Y. et al., 2017. Cross-resistance patterns to acetolactate synthase (ALS)-inhibiting herbicides of flixweed (*Descurainia sophia* L.) conferred by different combinations of ALS isozymes with a Pro-197-Thr mutation or a novel Trp-574-Leu mutation. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 136: 41-45.

Deravel J., Krier F., Jacques P., 2014. Les biopesticides, compléments et alternatives aux produits phytosanitaires chimiques (synthèse bibliographique). *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 18: 220-232.

Dezfooli A., 2000. Competition between wild mustard (*Sinapis arvensis* L.) and spring wheat (*Triticum aestivum* L.). Thèse Master, Université de Guelph, Ontario, 106p.

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: doi:10.3390/medicines3040025.

- Dhima K., Eleftherohorinos I., 2005. Wild mustard (*Sinapis arvensis* L.) competition with three winter cereals as affected by nitrogen supply. *Journal of Agronomy and Plant Science*, 191: 241-248.
- Dias A.S., Dias L.S., Pereir I.P., 2018. Defensive role of allelopathic secondary compounds in plants: a review of data on two independent general hypotheses. *Journal of allelochemical Interactions*, 4: 9-22.
- Djermoun A., 2009. La production céréalière en Algérie : les principales caractéristiques. *Revue Nature et Technologie*, 1: 45-53.
- Djermoun A., 2009. La production céréalière en Algérie : les principales caractéristiques. *Revue Nature et Technologie*, 1 : 45-53.
- Dlugosch K.M., Parker I.M., 2008. Founding events in species invasions: Genetic variation, adaptive evolution, and the role of multiple introductions. *Molecular Ecology*, 17: 431-449.
- Dmitrovic S., Perišic M., Stojic M., et al., 2015. Essential oils of two *Nepeta* species inhibit growth and induce oxidative stress in ragweed (*Ambrosia artemisiifolia* L.) shoots in vitro. *Acta Physiologiae Plantarum*, 37 : 64.
- Dodet M., 2009. Diversité génétique et phénologie de *Cyperus esculentus* L. (Cyperaceae) pour une gestion intégrée de l'espèce dans les cultures de Haute Lande. Thèse Doctorat, Université de Bourgogne, Bourgogne, 147p.
- Dray S., Dufour A., 2007. The ade4 Package: Implementing the duality diagram for ecologists. *Journal of Statistical Software*, 22: 1-20.
- Duke S.O., Dayan F.E., 2018. Herbicides. In : eLS. John Wiley & Sons, Chichester. <https://doi:10.1002/9780470015902.a002526>.
- Durka W., Michalski S.G., Berendzen K.W. et al., 2017. Genetic differentiation within multiple common grassland plants supports seed transfer zones for ecological restoration. *Journal of Applied Ecology*, 54: 116-126.
- Eddoud A., Buisson E., Achour L. et al., 2018. Changes in weed species composition in irrigated agriculture in Saharan Algeria. *Weed Research*, 58: 424-436.
- Fahada S, Hussain S, Chauhan SB *et al.* (2015) Weed growth and crop yield loss in wheat as influenced by row spacing and weed emergence times. *Crop Protection* **71**, 101-108.
- Fairchild J.F., 2011. Structural and functional effects of herbicides on non-target organisms in aquatic ecosystems with an emphasis on atrazine. In : Herbicides and environment. Ed. : Kortekamp A., USA, 383-396.
- FAO (2017) FAOSTAT database. FAO, <http://faostat.fao.org/> (accédé, 8 Juillet 2017).
- FAO (2018) GIEWS - Global Information and Early Warning System. <http://www.fao.org/giews/countrybrief/country.jsp?code=DZA> (accédé, 24 Septembre 2018).

Fenni M., Shakir A.N., Maillet J., 2002. Comparative efficacy of the most widely used herbicides in durum wheat (*Triticum durum* Desf.) in Algeria. *Arab Journal of Plant Protection*, 20: 55-58.

Fick S.E., Hijmans R.J., 2017. WorldClim 2: new 1-km spatial resolution climate surfaces for global land areas. *International Journal of Climatology*, 37: 4302-4315.

Filomeno C.A., Barbosa L.C.A., Teixeira R.R.T., et al., 2017. *Corymbia* spp. and *Eucalyptus* spp. essential oils have insecticidal activity against *Plutella xylostella*. *Industrial Crops and Products*, 109: 374-383.

Fogg G.E., 1950. *Sinapis arvensis* *Journal of Ecology*, 38: 415-429.

Franz C., Novak J., 2010. Sources of essential oils. *In: Essential oils science, technology, and applications*. Eds.: Başer K.H.C., Buchbauer G., New York, 43-78.

Fricke E.C., Wright S.J., 2016. The mechanical defence advantage of small seeds. *Ecology Letters*, 19 : 987-991.

Fukuda M., Tsujino Y., Fujimori T., Wakabayashi K., Böger P., 2004. Phytotoxic activity of middle-chain fatty acids I: effects on cell constituents. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 80 : 143-150.

Futuyma D.J., 2009. *Evolution*. 2^{ème} Ed., Sinauer Associates, USA, 609p.

Galhano V., Gomes-Laranjo J., Fernández-Valiente E., Videira R., Peixoto F., 2011. Impact of herbicides on non-target organisms in sustainable irrigated rice production systems: state of knowledge and future prospects. *In: Herbicides and environment*. Ed. : Kortekamp A., Rijeka, 45-72.

Gianessi L., 2013. The increasing importance of herbicides in worldwide crop production. *Pest Management Science*, 69: 1099-1105.

Giepen M., Neto F.S., Koepke U., 2014. Controlling weeds with natural phytotoxic substances (NPS) in direct seeded soybean. Eds. : Rahmann G., Aksoy U., Proceedings of the 4th ISOFAR Scientific Conference. Building Organic Bridges', at the Organic World Congress 2014, 13-15 Oct., Istanbul, Turkey.

Giraldo P., Royo C., González M. et al., 2016. Genetic diversity and association mapping for agromorphological and grain quality traits of a structured collection of durum wheat landraces including subsp. durum, turgidum and diccocon. *PLoS One*, 11: e0166577. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0166577>.

Glasner C., Vieregge C., Robert J., Fenselau J., Bitarafan Z., Andreasen C., 2019. Evaluation of new harvesting methods to reduce weeds on arable fields and collect a new feedstock. *Energies*, 12: doi:10.3390/en12091688.

Goettel M., Hajek A., 2001. Evaluation of non-target effects of pathogens used for management for arthropods. *In: Evaluating indirect ecological effects of biological control*. Eds.: Wajnberg E., Scott J.K., Qimby P.C., Wallingford, 81-97.

- Gonzalez-Segura E., Magaña-Barajas E., Torres-Chávez P.I. et al., 2014. Characterization of the dynamic viscoelastic behavior of semolina dough obtained from Mexican durum wheat cultivars. *Advanced Chemical Engineering Research*, 3: 58-63.
- Govaerts R., Sobral M., Ashton P., et al., 2008 . World checklist of Myrtaceae. Royal Botanic Gardens, UK, 455p.
- Grosso C., Coelho J.A., Urieta J.S., Palavra A.M.F., Barroso J.G., 2010. Herbicidal activity of volatiles from coriander, winter savory, cotton lavender, and thyme isolated by hydrodistillation and supercritical fluid extraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58 : 11007–11013.
- Gupta S., Dikshit A.K., 2010. Biopesticides: an ecofriendly approach for pest control. *Journal of Biopesticides*, 3 : 186-188.
- Guyot L., Guillemat J., Becker Y. et al., 1962. Semences et plantules des principales mauvaises herbes. Association de Coordination Technique Agricole, Paris, 95p.
- Hall J.C., Romano M.L., 1995. Morphological and physiological differences between the auxinic herbicide-susceptible (S) and -resistant (R) wild mustard (*Sinapis arvensis* L.) biotypes. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 52: 149-155.
- Hamadache A., 2013. Le contrôle des bioagresseurs: un facteur d'amélioration rapide et de stabilité du rendement du blé pluvial en Algérie. *Céréaliculture*, 61: 41-46.
- Hanson B.D., Park K.W., Mallory-Smith C.A. et al., 2004. Resistance of *Camelina microcarpa* to acetolactate synthase inhibiting herbicides. *Weed Research*, 44: 187-194.
- Hantsch L., Bruelheide H., Erfmeier A., 2013. High phenotypic variation of seed traits, germination characteristics and genetic diversity of an invasive annual weed. *Seed Science Research*, 23: 27-40.
- Harding D.P., Raizada M.N., 2015. Controlling weeds with fungi, bacteria and viruses: a review. *Frontiers in Plant Science*, 6 : 1-13.
- Harley R.M., Atkins S., Budantsev A., et al., 2004. Labiatae. In: The families and genera of vascular plants. Ed.: Kadereit J.W., Hamburg, 167-275.
- Hatami Z.M., Gherekhloo J., Rojano-Delgado A.M. et al., 2016. Multiple mechanisms increase levels of resistance in *Rapistrum rugosum* to ALS herbicides. *Frontiers in Plant Science*, 7: doi: 10.3389/fpls.2016.00169.
- Hazrati H., Saharkhiz M.J., Niakousari M., Moein M., 2017. Natural herbicide activity of *Satureja hortensis* L. essential oil nanoemulsion on the seed germination and morphophysiological features of two important weed species. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 142 : 423-430.
- Hazzit M., Baaliouamer A., 2009. Variation of essential oil yield and composition of *Thymus pallezensis* de noé from Algeria. *Journal of Essential Oil Research*, 21: 162–165.

- Hazzit M., Baaliouamer A., Veríssimo A.R., Faleiro M.L., Miguel M.G., 2009. Chemical composition and biological activities of Algerian *Thymus* oils. *Food Chemistry*, 116: 714-721.
- Heap I.M., 2009. International survey of herbicide-resistant weeds. (<http://www.weedscience.com>).
- Heap I.M., Morrison I.N., 1992. Resistance to auxin-type herbicides in wild mustard (*Sinapis arvensis* L.) populations in western Canada. *Weed Science Society of America Abstract*, 32: 55.
- Hejl A.M., Koster K.L., 2004. The allelochemical sorgoleone inhibits root H⁺-ATPase and water uptake, *Journal of Chemical Ecology*, 30: 2181-2191.
- Hermanutz L.A., Weaver S.E., 1996. Agroecotypes or phenotypic plasticity? comparison of agrestal and ruderal populations of the weed *Solatum ptycanthum*. *Oecologia*, 105: 271-280.
- Hijmans R. J., 2011. Raster data analysis with R. <https://ui.adsabs.harvard.edu/abs/2011AGUFM.H11B1053H>.
- Hijmans R.J., Cameron S.E., Parra J.L., Jones P.G., Jarvis A., 2005. Very high resolution interpolated climate surfaces for global land areas. *International Journal of Climatology*, 25: 1965-1978.
- Hoffmann W.A., Poorter H., 2002. Avoiding bias in calculations of relative growth rate. *Annals of Botany*, 90: 37-42.
- Hovick S.M., Mcardle A., Harrison S.K., Regnier E.E., 2018. A mosaic of phenotypic variation in giant ragweed (*Ambrosia trifida*): Local- and continental-scale patterns in a range-expanding agricultural weed. *Evolutionary Application*, 11: 995-1009.
- Hussain M.I., Reigosa M.J., 2014. Evaluation of herbicide potential of sesquiterpene lactone and flavonoid: impact on germination, seedling growth indices and root length in *Arabidopsis thaliana*. *Pakistan Journal of Botany*, 46(3): 995-1000.
- Hyldgaard M., Mygind T., Meyer R.L., 2012. Essential oils in food preservation: mode of action, synergies, and interactions with food matrix components. *Frontiers in Microbiology*, 3 : doi: 10.3389/fmicb.2012.00012.
- I.T.G.C., 1976. Les mauvaises herbes des céréales d'hiver en Algérie. Tourisme, Alger, 152p.
- Ibáñez M.D., Blázquez M.A., 2018. Phytotoxicity of essential oils on selected weeds: potential hazard on food crops. *Plants*, 7: doi:10.3390/plants7040079.
- Imatomi M., Novaes P., Matos A.P., et al., 2013. Phytotoxic effect of bioactive compounds isolated from *Myrcia tomentosa* (Myrtaceae) leaves. *Biochemical Systematics and Ecology*, 46: 29-35.
- Iqbal J., Wright D., 1999. Effects of weed competition on flag leaf photosynthesis and grain yield of spring wheat. *Weed Research*, 32: 23-30.

- Izquierdo J., Blanco-Moreno J.M., Chamorro L. et al., 2009. Spatial distribution of weed diversity within a cereal field. *Agronomy for Sustainable Development*, 29 : 491-496.
- Jabran K., 2017. Sorghum allelopathy for weed control *In: Manipulation of allelopathic crops for weed control*. Ed.: Jabran K., Turkey, 65-75.
- Janzen D.H., 1984. Dispersal of small seeds by big herbivores: foliage is the fruit. *The American Naturalist*, 123: 338-353.
- Javaid A., Sahfique S., Shafique S., 2006. Herbicidal potential of aqueous leaf extract of allelopathic tree against *Phalaris minor*. *Pakistan journal of weed science research*, 12 : 339-346.
- Jessing K.K., Duke S.O., Cedergreen N., 2014. Potential ecological roles of artemisinin produced by *Artemisia annua* L. *Journal of Chemical Ecology*, 40: 100-117.
Journal of Biopesticides, 3 : 186-188.
- Jurado A.S., Fernandes M.A.S, Videira R.A., Peixoto F.P., Vicente J.A.F., 2011. Herbicides: the face and the reverse of the coin. An *in vitro* approach to the toxicity of herbicides in non-target organisms. *In: Herbicides and environment*. Ed.: Kortekamp A., Rijeka, 3-44.
- Jurado A.S., Fernandes M.A.S., Videira R.A., et al., 2011. Herbicides: The face and the reverse of the coin. An *in vitro* approach to the toxicity of herbicides in non-target organisms. *In: Herbicides and Environment*. Ed.: Kortekamp A., Rijeka, 3-44.
- Kabbaj H., Sall A.T., Al-Abdallat A. et al., 2017. Genetic diversity within a global panel of durum wheat (*Triticum durum*) landraces and modern germplasm reveals the history of alleles exchange. *Frontiers in Plant Science*, <https://doi.org/10.3389/fpls.2017.01277>.
- Kabouche A., Kabouche Z., Bruneau C., 2005. Analysis of the essential oil of *Thymus numidicus* (Poiret) from Algeria. *Flavour and Fragrance Journal*, 20: 235-236.
- Kachhawa D., 2017. Microorganisms as a biopesticides. *Journal of Entomology and Zoology Studies*, 5: 468-473.
- Kashkooli A.B., Saharkhiz M.J., 2014. Essential oil compositions and natural herbicide activity of four denaei thyme (*Thymus daenensis* Celak.) ecotypes. *Journal of Essential Oil Bearing Plants* 17: 859-874.
- Kato-Noguchi H., Peters R.J., 2013. The role of momilactones in rice allelopathy. *Journal of Chemical Ecology*, 39: 175-185.
- Kaur S., Singh H.P., Mittal S., et al., 2010. Phytotoxic effects of volatile oil from *Artemisia scoparia* against weeds and its possible use as a bioherbicide. *Industrial Crops and Products*, 3: 54-61.
- Kazi Tani C., Le Bourgeois T., Munoz F., 2010. Contribution à l'étude des communautes d'adventices des cultures du secteur phytogéographique Oranais (Nord-Ouest Algérien) : aspects botanique, agronomique et phytoécologique. Twenty-first COLUMA Conference International Meeting on Weed Control 2010, 8-9 Dec., Dijon, France.

Kerbouche L., Hazzit M., Baaliouamer A., 2013. Essential oil of *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* (L.) Briq. from Algeria: analysis, antimicrobial and antioxidant activities. *Journal of biologically active products from nature*, 3 : 266-272.

Khanh T.D., Chung I.M., Tawata S., Xuan T.D., 2007. Allelopathy for weed management in sustainable agriculture. *Perspectives in Agriculture, Veterinary Science, Nutrition and Natural Resources*, doi: 10.1079/PAVSNNR20072034.

Khenfous-Djebari B., Kerkoud M., Fischer-Le Saux M., et al., 2019. Isolation of atypical wheat-associated xanthomonads in Algeria. *Phytopathologia Mediterranea*, 58 (3): 497-506. DOI: 10.13128/Phyto-10855.

Khoury M., Stien D., Eparvier V., Ouaini N., El Beyrouthy M., 2016. Report on the medicinal use of eleven lamiaceae species in Lebanon and rationalization of their antimicrobial potential by examination of the chemical composition and antimicrobial activity of their essential oils. *Evidence-based Complementary and Alternative Medicine*, 6: 1-17.

Knutsen H.K., Alexander J., Barregård L. et al., 2016. Erucic acid in feed and food. *EFSA Journal*, 14: doi: 10.2903/j.efsa.2016.4593.

Koitabashi R., Suzuki T., Kawazu T., Sakai A., Kuroiwa H., Kuroiwa T., 1997. 1,8-cineole inhibits rootgrowth and DNA synthesis in the root apical meristem of *Brassica campestris* L. *Journal of Plant Research*, 110: 1-6.

Kordali S., Tazegul A., Cakir A., 2015. Phytotoxic effects of *Nepeta meyeri* Benth. extracts and essential oil on seed germinations and seedling growths of four weed species. *Records of Natural Products*, 9: 404-418.

Koul O., Walia S., Dhaliwal G.S., 2008. Essential oils as green pesticides: potential and constraints. *Biopesticides International*, 4: 63-84.

Kraehmer H., Almsick A.V., Beffa R. et al., 2014b. Herbicides as weed control agents: State of the art: II. Recent achievements. *Plant Physiology*, 166: 1132-1148.

Kraehmer H., Laber B., Rosinger C., Schulz A., 2014a. Herbicides as weed control agents: state of the art: I. Weed control research and safener technology: The path to modern agriculture. *Plant Physiology*, 166: 1119-1131.

Kumar V., 2015. A review on efficacy of biopesticides to control the agricultural insect's pest. *International Journal of Agricultural Science Research*, 4: 168-179.

Labioud R., Aouadi S., Bouhaddouda N., 2015. Chemical composition and antifungal activity of essential oil from *Satureja calamintha nepeta* against phytopathogens fungi. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 7: 208-211.

Lakara K., kumar S.V., Maurya A.C., et al., 2019. Enhancing crop competitiveness through sustainable weed management practices. In: Sustainable agriculture. Ed.: Meena R.S., Inde, 109-168.

- Laraba I., Bouregghda H., Abdallah N. et al., 2017. Population genetic structure and mycotoxin potential of the wheat crown rot and head blight pathogen *Fusarium culmorum* in Algeria. *Fungal Genetics and Biology*, 103: 34-41.
- Lebaron H.M., 1991. Distribution and seriousness of herbicide-resistant weed infestations worldwide. *In: Herbicide Resistance in Weeds and Crops*. Eds.: Caseley J.C., Cussans G.W., Atkin R.K., Oxford, 27-55.
- Lederer B., Fujimori T., Tsujino Y., Wakabayashi K., Böger P., 2004. Phytotoxic activity of middle-chain fatty acids II: peroxidation and membrane effects. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 80: 151-156.
- Lee C.E., Gelembiuk G.W., 2008. Evolutionary origins of invasive populations. *Evolutionary Applications*, 1: 427-448.
- Leiblein-wild M.C., Tackenberg O., 2014. Phenotypic variation of 38 European *Ambrosia artemisiifolia* populations measured in a common garden experiment. *Biological Invasions*, 16: 2003-2015.
- Leinonen T., McCairns R.J.S., O'Hara R.B., Merilä J., 2013. Q_{ST} - F_{ST} comparisons: Evolutionary and ecological insights from genomic heterogeneity. *Nature Reviews Genetics*, doi:10.1038/nrg3395.
- Leiss K.A., Müller-shärer H., 2001. Adaptation of *Senecio vulgaris* (Asteraceae) to ruderal and agricultural habitats. *American Journal of Botany*, 88: 1593-1599.
- Leng P., Zhiming Z., Guangtang P., Maojun Z., 2011. Applications and development trends in biopesticides. *African Journal of Biotechnology*, 10: 19864-19873.
- Libs E.S., Salim E.A., 2017. formulation of essential oil pesticides technology and their application. *Agricultural Research & Technology: Open Access Journal*, DOI: 10.19080/ARTOAJ.2017.09.555759.
- Liebman M., Staver C.P., 2001. Crop diversification for weed management. *In: Ecological management of agricultural weeds*. Eds.: Liebman M., Mohler C.L., Staver C.P., Cambridge, 322-374.
- Linke K.H., 2001. Application of control. *In: A technical manual for parasitic weed research and extension*. Ed.: Kroschel J., Germany, 77-159.
- Liu J., Mei D., Li Y. et al., 2014. Deep RNA-Seq to unlock the gene bank of floral development in *Sinapis arvensis*. *PLoS One*, 9 : e105775. doi: 10.1371/journal.pone.0105775.
- Long R.L., Stevens J.C., Griffiths E.M. et al., 2011. Seeds of *Brassicaceae* weeds have an inherent or inducible response to the germination stimulant karrikinolide. *Annals of Botany*, 108: 933-944.
- Luzuriaga A.L., Escudero A., Pérez-García F., 2006. Environmental maternal effects on seed morphology and germination in *Sinapis arvensis* (Cruciferae). *Weed Research*, 46: 163-174.

- Luzuriaga A.L., Escudero A., Pérez-García F., 2006. Environmental maternal effects on seed morphology and germination in *Sinapis arvensis* (Cruciferae). *Weed Research*, 46: 163-174.
- Lynch M., Walsh B., 1998. Genetics and analysis of quantitative traits. Sinauer Associates, Sunderland, 980p.
- Mabberley D.J., 2008. Mabberley's plant book. A portable dictionary of the higher plants. 3^{ème} Ed., Cambridge University Press, Cambridge, 858p.
- Maccaferri M., Cane M.A., Sanguineti M.C. et al., 2014. A consensus framework map of durum wheat (*Triticum durum* Desf.) suitable for linkage disequilibrium analysis and genome-wide association mapping. *BMC Genomics*, 15: <https://doi.org/10.1186/1471-2164-15-873>.
- Makkouk K.M., Kumari S.G, Ghulam W., Attar N., 2004. First record of barley yellow striate mosaic virus (BYSMV) affecting wheat summer nurseries and its vector *Laodelphax striatella* (Fallen) in Syria. *Plant Disease*, 88: 83.
- Mamadaliyeva N.Z., Akramov D.K., Ovidi E., 2017. Aromatic medicinal plants of the Lamiaceae family from Uzbekistan: ethnopharmacology, essential oils composition, and biological activities. *Medicines*, 4: doi: 10.3390/medicines4010008.
- Mancini E., Arnold N., De Feo V., et al., 2009. Phytotoxic effects of essential oils of *Nepeta curviflora* Boiss. and *Nepeta nuda* L. subsp. *albiflora* growing wild in Lebanon. *Journal of Plant Interactions*. 4: 253-259.
- Manindra M., Haider S.Z., Andola H.C., Purohit V.K., 2016. Essential oils as green pesticides: for sustainable agriculture. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 2: 100-106.
- McMullan P.M., Daun J.K., DeClercq D.R., 1994. Effect of wild mustard (*Brassica kaber*) competition on yield and quality of triazine-tolerant and triazine-susceptible canola (*Brassica napus* and *Brassica rapa*). *Canadian Journal of Plant Science*, 74: 369-374.
- Meazza G., Scheffler B.E., Tellez M.R., et al., 2002. The inhibitory activity of natural products on plant p-hydroxyphenylpyruvate dioxygenase, *Phytochemistry*, 60: 281-288.
- Meirmans P.G., Hedrick P.W., 2011. Assessing population structure: FST and related measures. *Molecular Ecology Resources*, 11: 5-18.
- Miderho C.C., Birimwiragi F.M., Kadorho A.S., et al., 2017. Inventaire floristique des mauvaises herbes dans une caféiculture en pure dans le territoire de Kabare, DR Congo. *Journal of Applied Biosciences*, 119: 11904-11916.
- Mithila J., Hall J.C., 2005. Comparison of ABP1 over-expressing *Arabidopsis* and under-expressing tobacco with an auxinic herbicide-resistant wild mustard (*Brassica kaber*) biotype. *Plant Science*: 169: 21-28.

- Mithila J., Hall J.C., 2013. Transfer of auxinic herbicide resistance from *Brassica kaber* to *Brassica juncea* and *Brassica rapa* through embryo rescue. *In Vitro Cellular and Developmental Biology Plant*, 49: 461-467.
- Moodie M., Finch R.P., Marshall G., 1997. Analysis of genetic variation in wild mustard (*Sinapis arvensis*) using molecular markers. *Weed Science*, 45: 102-107.
- Mossa A.H., 2016. Green pesticides: essential oils as biopesticides in insect-pest management. *Journal of Environmental Science and Technology*, 9: 354-378.
- Mulligan G.A., Bailey L.G., 1975. The biology of Canadian weeds. 8. *Sinapis arvensis* *Canadian Journal of Plant Science*, 55: 171-183.
- Murray B.R., Brown A.H.D., Grace J.P., 2003. Geographic gradients in seed size among and within perennial Australian Glycine species. *Australian Journal of Botany*, 51: 47-56.
- Mutlu S., Atici Ö., Esim N., 2010. Bioherbicidal effects of essential oils of *Nepeta meyeri* Benth. on weed spp. *Allelopathy Journal*, 26: 291-300.
- Mutlu S., Atici O., Esim N., Mete E., 2011. Essential oils of catmint (*Nepeta meyeri* Benth.) induce oxidative stress in early seedlings of various weed species. *Acta Physiologiae Plantarum*, 33: 943-951.
- Nelson M.F., Anderson N.O., 2015. Variation among genotypes and source habitats in growth and fecundity of the wetland invasive plant *Phalaris arundinacea* L. *Wetlands*, 35: 1175-1184.
- Nelson W.L., 1980. Management for increased wheat production in Algeria. *In: Improving dryland agriculture in Middle East and North Africa*. Ed.: Gotsch C., Cairo.
- Neve P., Barney J.N., Buckley Y. et al., 2018. Reviewing research priorities in weed ecology, evolution and management: a horizon scan. *Weed Research*, 58: 250-258.
- Neve P., Vila-aiub M., Roux F., 2009. Evolutionary-thinking in agricultural weed management. *New Phytologist*, 184: 783-793.
- Nguyen K.T., Arseault P.R., Wethers P.J., 2011. Trichomes + roots + ROS = artemisinin: regulating artemisinin biosynthesis in *Artemisia annua* L. *In Vitro Cellular and Developmental Biology- Plant*, 47: 329-338.
- Nichols V., Verhulst N., Cox R., Govaerts B., 2015. Weed dynamics and conservation agriculture principles: A review. *Field Crops Research*, 183: 56-68.
- Ntoanidou S., Madesis P., Diamantidis G., Eleftherohorinos I., 2017. Trp574 substitution in the acetolactate synthase of *Sinapis arvensis* confers cross-resistance to tribenuron and imazamox. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 142: 9-14.

- Ootani M.A., dos Reis M. R., Cangussu A. S. R., et al., 2017. Phytotoxic effects of essential oils in controlling weed species *Digitaria horizontalis* and *Cenchrus echinatus*. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, 12 : 59-65.
- Orwa C., Mutua A., Kindt R., Jamnadass R., Anthony S., 2009. Agroforestry Database: a tree reference and selection guide version 4.0 (<http://www.worldagroforestry.org/sites/treedbs/treedatabases.asp>).
- Pannacci E., Tei F., Guiducci M., 2017. Mechanical weed control in organic winter wheat. *Italian Journal of Agronomy*, 12: 336-342.
- Papapanagiotou A.P., Damalas C.A., Bosmali I., Madesis P., Menexes G.C., Eleftherohorinos I.G., 2019. *Galium spurium* and *G. aparine* resistance to ALS-inhibiting herbicides in Northern Greece. *Planta Daninha*, v37:e019207288.
- Park D.S., Breckheimer I., Williams A.C., Law E., Ellison A.M., Davis C.C., 2018. Herbarium specimens reveal substantial and unexpected variation in phenological sensitivity across the eastern United States. *Philosophical Transactions of the Royal Society B*, 374 : 20170394.
- Paul V., Sharma L., Kumar R., Pandey R., Meena R.C., 2017. Estimation of chlorophylls/photosynthetic pigments – their stability is an indicator of crop plant tolerance to abiotic stresses. Manual of ICAR Sponsored Training Programme on “Physiological Techniques to Analyze the Impact of Climate Change on Crop Plants” 2017, 16-25 Jan. 2017., New Delhi, India.
- Pavlychenko T.K., Harrington J.B., 1934. Competitive efficiency of weeds and cereal crops. *Canadian Journal of Research*, 10: 17-94.
- Pawlowski A., Kaltchuk-Santos E., Zini C.A., Caramao E.B., Soares G.L.G., 2012. Essential oils of *Schinus terebinthifolius* and *S. molle* (Anacardiaceae): Mitodepressive and aneugenic inducers in onion and lettuce root meristems. *South African Journal of Botany*, 80: 96-103.
- Petit S., Alignier A., Colbach N. et al., 2012. Weed dispersal by farming at various spatial scales. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 33: 205-217.
- Pivello V.R., Vieira M.V., Grombone-Guaratini M.T., Matos D.M.S., 2018. Thinking about super-dominant populations of native species – Examples from Brazil. *Perspectives in Ecology and Conservation*, 168: 74-82.
- Poonpaiboonpipat T., Pangnakorn U., Suvunnamek U., Laosinwattana C., 2013. Phytotoxic effects of essential oil from *Cymbopogon citratus* and its physiological mechanisms on barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*). *Industrial Crops and Products*. 41: 403-407.
- Pratap A., Gupta S.K., 2009. Biology and ecology of wild crucifers. In : Biology and breeding of crucifers. Ed.: Gupta S.K., CRC Press, New York, 37-68.
- Puig C.G., Álvarez-Iglesias L., Reigosa M.J., Pedrol N., 2013. *Eucalyptus globulus* leaves incorporated as green manure for weed control in maize. *Weed Science*, 61: 154-161.

Quezel P., Santa S., 1962. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Centre Nationale de la Recherche Scientifique, Paris. Tome I, 565p.

Quezel P., Santa S., 1962. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Centre Nationale de la Recherche Scientifique, Paris. Tome I, 565p.

Quezel P., Santa S., 1963. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Centre Nationale de la Recherche Scientifique, Paris. Tome II, 1170 p.

R Core Team, 2019. R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, <https://www.R-project.org/>.

Raja N., Masresha G., 2015. Plant based biopesticides: safer alternative for organic food production. *Journal of Fertilizers & Pesticides*, 6: DOI: 10.4172/2471-2728.1000e128.

Rani D., Kohli R.K., 1991. Fresh matter is not an appropriate relation unit for chlorophyll content: experience from experiments on effects of herbicides and allelopathic substances. *Photosynthetica*, 25: 655-657.

Rao V.S., 2000. Principles of weed science, 2^{ème} Ed, Science Publishers, NewYork, 555p.

Reineccius G.A., 2007. Flavour-isolation techniques, in flavours and fragrances: chemistry, bioprocessing and sustainability. 1^{ère} Ed., Springer Science & Business Media, Germany, 648p.

Rice E.L., 1984. Allelopathy. 2^{ème} Ed., Academic Press, Orlando, 424p.

Rimando A.M., Dayan F.E., Czarnota M.A., Weston L.A., Duke S.O., 1998. A new photosystem II electron transport inhibitor from *Sorghum bicolor*. *Journal of Natural Products*, 61: 927-930.

Rocaboy-Faquet E., Noguer T., Romdhane S., Bertrand C., Dayan F.E., Barthelmebs L., 2014. Novel bacterial bioassay for a highthroughput screening of 4-hydroxyphenylpyruvate dioxygenase inhibitors. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 98: 7243-7252.

Romagni J.G., Allen S.N., Dayan F.E., 2000. Allelopathic effects of volatile cineoles on two weedy plant species. *Journal of Chemical Ecology*, 26: 303-313.

Rustaiyan A., Feizbakhsh A., Masoudi S., Ameri N. 2004. Comparison of the volatile oils of *Satureja atropatana* Bung. and *Satureja mutica* Fisch. et C.A. Mey. from Iran. *Journal of Essential Oil Research*, 16: 594-596.

Sadgrove N., Jones G., 2015. A contemporary introduction to essential oils: chemistry, bioactivity and prospects for Australian agriculture. *Agriculture*, 5: 48-102.

Saharkhiz M.J., Ashiri F., Salehi M.R., Ghaemghami J., Mohammadi S.H., 2009. Allelopathic potential of essential oil from *Carum copticum* L., *Cuminum cyminum* L., *Rosmarinus officinalis* L. and *Zataria multiflora* Boiss. *Medicinal and Aromatic Plant Science and Biotechnology*, 3: 32-35.

Saini R., Singh S., 2018. Use of natural products for weed management in high-value crops: an overview. *Preprints*, doi: 10.20944/preprints201810.0737.v1.

Salazar J.R., Torres P., Serrato B., Dominguez M., Alarcón J., Céspedes C.L., 2015. Insect growth regulator (IGR) effects of *Eucalyptus citriodora* Hook (Myrtaceae). *Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas*, 14: 403-422.

Schmidt E., 2010. Production of essential oils. *In: Essential oils science, technology, and applications*. Eds.: Başer K.H.C., Buchbauer G., New York, 127-162.

Schumacher M., Ohnmacht S., Rosenstein R., Gerhards R., 2018. How management factors influence weed communities of cereals, their diversity and endangered weed species in Central Europe. *Agriculture*, doi:10.3390/agriculture8110172.

Setia N., Batish D.R., Singh H.P., Kohli R.K., 2007. Phytotoxicity of volatile oil from *Eucalyptus citriodora* against some weedy species. *Journal of Environmental Biology*, 28 : 63-66.

Sharifi-Rad J., Sureda A., Tenore G. C., et al., 2017. Biological activities of essential oils: from plant chemoecology to traditional healing systems. *Molecules*, 22 : doi: 10.3390/molecules22010070.

Silva C., Hyacienth D., Ferreira A., et al., 2015. Development of nanoemulsions with tucumã (*Astrocaryum vulgare*) fruits oil. *Journal of Nanomedicine Research*, 2: 10-13.

Singh H.P., Batish D.R., Kohli R.K., 2002. Allelopathic effects of two volatile monoterpenes against billy goat weed (*Ageratum conyzoides* L.). *Crop Protection*, 21: 347-350.

Singh H.P., Batish D.R., Setia N., Kohli R.K., 2005. Herbicidal activity of volatile oils from *Eucalyptus citriodora* against *Parthenium hysterophorus*. *Annals of Applied Biology*, 146: 89-94.

Singh R.P., Singh P.K., Rutkoski J. et al., 2016. Disease impact on wheat yield potential and prospects of genetic control. *Annual Review of Phytopathology*, 54: 303-22.

Siyahpoosh A., Fathi G.A., Zand E. et al., 2012. Competitiveness of different densities of two wheat cultivars with wild mustard weed species (*Sinapis arvensis*) in different densities. *World Applied Sciences Journal*, 20: 748-752.

Soltani E., Soltani A., Galeshi S. et al., 2011. Quantifying seed production by volunteer canola (*Brassica napus*) and *Sinapis arvensis*. *Planta Daninha*, 29: 489-497.

Soltys D., Krasuska U., Bogatek R., Gniazdowska A., 2013. Allelochemicals as bioherbicides — present and perspectives. *In: Herbicides - current research and case studies in use*. Eds.: Price A.J., Kelton J.A., Rijeka, 517-542.

Soto-Mendivil E.A., Moreno-Rodríguez J.F., Estarrón-Espinosa M., García-Fajardo J.A., Obledo-Vázquez E.N., 2006. Chemical composition and fungicidal activity of the essential oil of *Thymus vulgaris* against *Alternaria citri*. *e-Gnosis*, 4 : www.e-gnosis.udg.mx/vol4/art16.

- Souahi H., Meksem Amara L., Djebbar M.R., 2016. Effects of sulfonylurea herbicides on protein content and antioxidants activity in wheat in semi-arid region. *International Journal of Advanced Engineering, Management and Science*, 2: 2454-1311.
- Stahl-Biskup E., Saez F., 2002. Thyme : The Genus *Thymus*. CRC Press Press, New York, 317p.
- Steinger T., Haldimann P., Leiss K.A., Müller-Schärer H., 2002. Does natural selection promote population divergence? A comparative analysis of population structure using amplified fragment length polymorphism markers and quantitative traits. *Molecular Ecology*, 11: 2583-2590.
- Stock A.J., Campitelli B.E., Stinchcombe J.R., 2014. Quantitative genetic variance and multivariate clines in the ivyleaf morning glory, *Ipomoea hederacea*. *Philosophical Transactions of the Royal Society B*, 369: doi: 10.1098 / rstb.2013.0259.
- Struik P.C., Kuyper T.W., 2017. Sustainable intensification in agriculture: the richer shade of green. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 37: DOI 10.1007/s13593-017-0445-7.
- Sturchio E., Donnarumma L., Annesi T., et al., 2014. Essential oils: an alternative approach to management of powdery mildew diseases. *Phytopathologia Mediterranea*, 53: 385-395.
- Synowiec A., Kalembe D., Drozdek E., Bocianowski J., 2016. Phytotoxic potential of essential oils from temperate climate plants against the germination of selected weeds and crops. *Journal of Pest Science*, DOI:10.1007/s10340-016-0759-2.
- Synowiec A., Możdżeń K., Krajewska A., Landi M., Araniti F., 2019. *Carum carvi* L. essential oil: a promising candidate for botanical herbicide against *Echinochloa crus-galli* (L.) P. Beauv. in maize cultivation. *Industrial Crops & Products*, 140: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111652>.
- Szmigielski A.M., Schoenau J.J., Beckie H.J., 2015. Assessment of wild mustard (*Sinapis arvensis* L.) resistance to ALS-inhibiting herbicides. In: *Herbicides, physiology of action, and safety*. Saskatoon, 323-334.
- Taban A., Saharkhiz M.J., 2015. Natural phytotoxic activity of water extracts and dried leaf powders of three *Satureja* species. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, 4: 594-602.
- Tait M.A., Hik D.S., 2003. Is dimethylsulfoxide a reliable solvent for extracting chlorophyll under field conditions?. *Photosynthesis Research*, 78: 87-91.
- Thill D.C., Lemerle D., 2001. World wheat and herbicide resistance. In: *Herbicide resistance and world grains*. Ed.: Powles S.B., Shaner D.L., New York, 165-194p.
- Tolba H., Moghrani H., Benelmouffok A., Kellou D., Maachi R., 2015. Essential oil of Algerian *Eucalyptus citriodora*: chemical composition, antifungal activity, *Journal of Medical Mycology*, <http://dx.doi.org/10.1016/j.mycmed.2015.10.009>.

- Tranel P.J., Wright T.R., 2002. Resistance of weeds to ALS-inhibiting herbicides: what have we learned? *Weed Science*, 50: 700-712.
- Tscharntke T., Clough Y., Wanger T.C. et al., 2012. Global food security, biodiversity conservation and the future of agricultural intensification. *Biological Conservation*, 151: 53-59.
- Turnbull L.A., Philipson C.D., Purves D.W. et al., 2012. Plant growth rates and seed size: a re-evaluation. *Ecology*, 93: 1283-1289.
- Twoorkoski T., 2002. Herbicide effects of essential oils. *Weed science*, 50: 425-431.
- Uddin M.R., Park K.W., Pyon J.Y., Park S.U., 2013. Combined herbicidal effect of two natural products (sorgoleone and hairy root extract of tartary buckwheat) on crops and weeds. *Australian Journal of Crop Science*, 7: 227-233.
- Ueno S., Rodrigues J.F., Alves-Pereira A. et al., 2015. Genetic variability within and among populations of an invasive, exotic orchid. *AoB Plants*, <https://doi.org/10.1093/aobpla/plv077>.
- Uremis I., Arslan M., Sangun M.K., 2009. Herbicidal activity of essential oils on the germination of some problem weeds. *Asian Journal of Chemistry*, 21: 3199-3210.
- Vaid S., 2016. Phytotoxicity of citronellol against two weedy species. *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, 5: 560-564.
- Van der Maarel E., 1979. Transformation of cover-abundance values in phytosociology and its effects on community similarity. *Vegetatio*, 39: 97-114.
- Vencill W.K., Grey T., Culpepper S., 2011. Resistance of weeds to herbicides. *In: Herbicides and environment*. Ed.: Kortekamp A., Rijeka, 585-594.
- Vencill W.K., Nichols R.L., Webster T.M. et al., 2012. Herbicide resistance: toward an understanding of resistance development and the impact of herbicide-resistant crops. *Weed Science*, 60: 2-30.
- Venturelli S., Petersen S., Langenecker T., Weigel D., Lauer U.M., Becker C., 2016. Allelochemicals of the phenoxazinone class act at physiologically relevant concentrations. *Plant signaling & behavior*, 11: e1176818. <http://dx.doi.org/10.1080/15592324.2016.1176818>.
- Vigueira C.C., Olsen K.M., Caicedo A.L., 2013. The red queen in the corn: agricultural weeds as models of rapid adaptive evolution. *Heredity*, 110: 303-311.
- Vila-Aiub M.M., Neve P., Powles S.B., 2009. Fitness costs associated with evolved herbicide resistance alleles in plants. *New Phytologist*, 184: 751-767.
- Volis S., Bohrer G., 2013. Joint evolution of seed traits along an aridity gradient: seed size and dormancy are not two substitutable evolutionary traits in temporally heterogeneous environment. *New Phytologist*, 197: 655-667.

- Vollmanna J., Wagentristsla H., Hartlb W., 2010. The effects of simulated weed pressure on early maturity soybeans. *European Journal of Agronomy*, 32: 243-248.
- Wang L., Li X., Zhang G., Dong J., Eastoe J., 2007. Oil-in-water nanoemulsions for pesticide formulations. *Journal of Colloid and Interface Science*, 314: 230-235.
- Warwick S.I., 2010. *Sinapis*. In: Flora of North America. Ed.: Warwick S.I, New York, 441-443.
- Warwick S.I., 2011. Brassicaceae in Agriculture. In: Genetics and genomics of the *Brassicaceae*. Eds.: Schmidt R., Bancroft I., New York, 33-65.
- Warwick S.I., Beckie H.J., Thomas A.G., McDonald T., 2000. The biology of Canadian weeds. 8. *Sinapis arvensis* (updated). *Canadian Journal of Plant Science*, 55: 171-183.
- Warwick S.I., Sauder C., Beckie H.J., 2005. Resistance in Canadian biotypes of wild mustard (*Sinapis arvensis* L.) to acetolactate synthase (ALS)-inhibiting herbicides. *Weed Science*, 53: 631-639.
- Weir T.L., Park S.W., Vivanco, J.M., 2004. Biochemical and physiological mechanisms mediated by allelochemicals. *Current Opinion in Plant Biology*, 7: 472-479.
- Wellburn A.R., 1994. The spectral determination of chlorophylls *a* and *b*. as well as total carotenoids, using various solvents with spectrophotometers of different resolution. *Journal of Plant Physiology*, 144: 307-313.
- Wilson A.J., Poissant J., 2016. Quantitative genetics in natural populations. *Encyclopedia of Evolutionary Biology*, 3: 361-371.
- Windley M.J., Herzig V., Dziemborowicz S.A., Hardy M.C., King G.F., Nicholson G.M., 2012. Spider-venom peptides as bioinsecticides. *Toxins*, 4: 191-227.
- Xu L., Zhu H., Ozkan H.E., Bagley W.E., Derksen R.C., Krause C.R., 2010. Adjuvant effect on evaporation time and wetted area of droplets on waxy leaves. *Biological Engineering Transactions*, 53: 13-20.
- Yan Z., Dan-Dan Z.Y., Ding W.L, et al., 2015. Mechanism of artemisinin phytotoxicity action: Induction of reactive oxygen species and cell death in lettuce seedlings. *Plant Physiology and Biochemistry*, DOI: 10.1016/j.plaphy.2015.01.010.
- Yekkour A., Toumatia O., Meklat A., et al., 2015. Deoxynivalenol-producing ability of *Fusarium culmorum* strains and their impact on infecting barley in Algeria. *World Journal Microbiology and Biotechnology*, 31: 875-881.
- Yu Q., Han H., Powles S.B., 2008. Mutations of the ALS gene endowing resistance to ALS-inhibiting herbicides in *Lolium rigidum* populations. *Pest Management Science*, 64: 1229-1236.

Zadoks J.C., Chang T.T., Konzak C.F., 1974. A decimal code for the growth stages of cereals. *Weed Research*, 14: 415-421.

Zaller J.G., Brühl C.A., 2019. Non-target effects of pesticides on organisms inhabiting agroecosystems. *Frontiers in environmental science*, 7: doi: 10.3389/fenvs.2019.00075.

Zhou Y.H., Yu J.Q., 2006. Allelochemicals and photosynthesis. *In* : Allelopathy: a physiological process with ecological implications. Eds. : Reigosa M. J., Pedrol N., Gonzalez L., Dordrecht, 127-139.

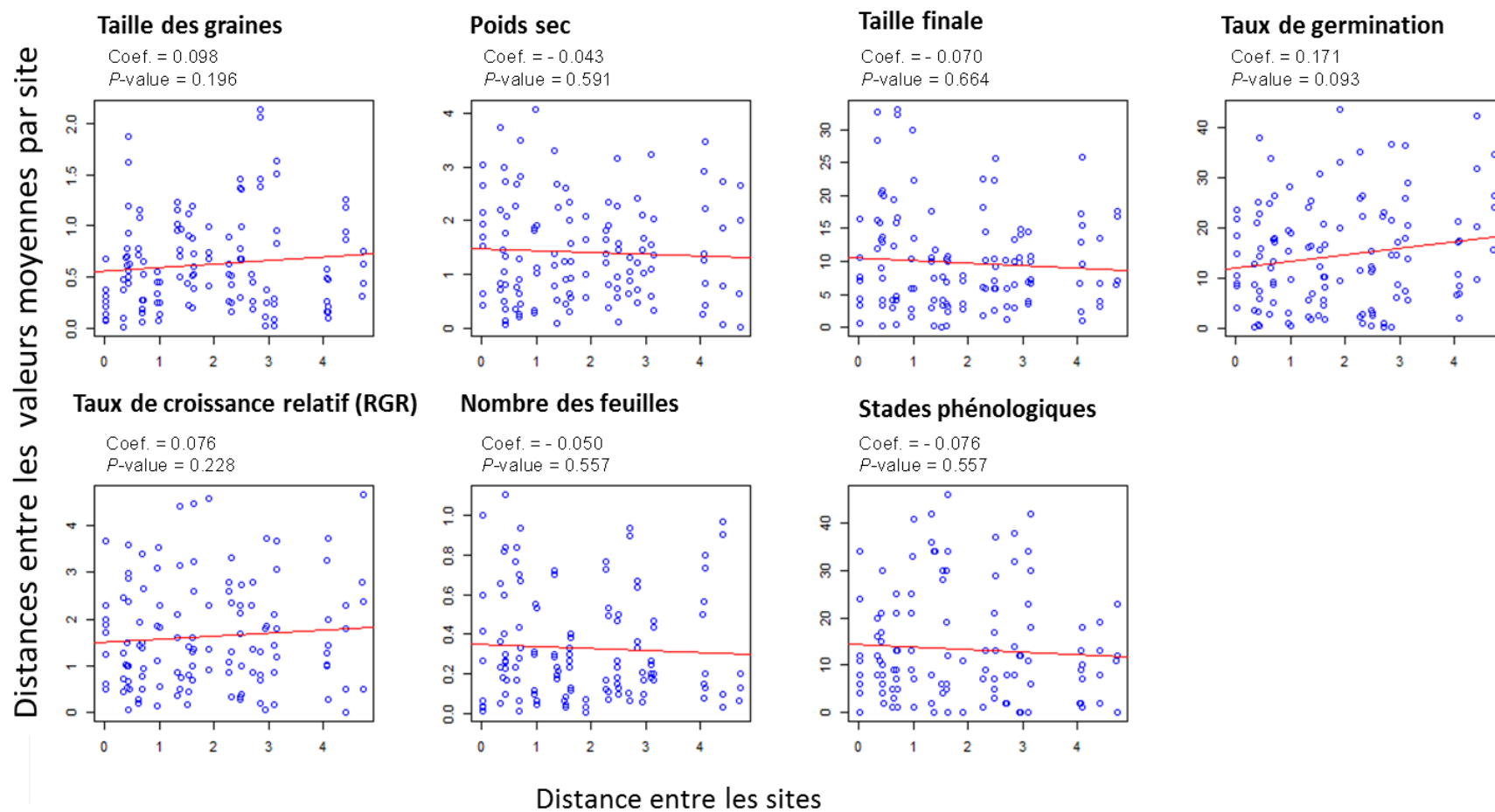
Zimdahl R.L., 2007. Fundamentals of weeds science. 3^{ème} Ed., Elsevier/Academic Press, Colorado, 688p.

ANNEXES

ANNEXES

Annexe 1. Informations d'échantillonnage des populations de *Sinapis arvensis* collectées (ordonnées d'Ouest en Est). Code de population (voir Figure 1 dans le texte principal pour les emplacements géographiques), région, type d'habitat (C: culture, N: non-culture), description de l'habitat et détails des cultures précédentes, et périodes d'application des herbicides Mustang®360 SE (M) et Sekator® OD (S) dans les habitats des cultures. Les variables climatiques ont été extraites de WorldClim v.1.4. (Fick & Hijmans, 2017) et utilisées pour produire le PCA de la figure 1.

Code de population	Région	Type d'habitat	N (description d'habitat) C (détails de culture précédente)	L'année d'application de Mustang (M) et Sekator (S)	Latitude	Longitude	Altitude (m)	Température moyenne annuelle (°C)	Plage de température annuelle (°C)	Précipitations moyennes annuelles (mm)	Plage de précipitation annuelle (mm)
MOS_N	Mostaganem	N	Bordure de champ de pommes de terre et autoroute	-	36.256222	0.570833	309	17.93	29.50	613	95
MOS_C	Mostaganem	C	Blé (2014-2018) / Pois chiche (2013)	M (2014-2018) S (2012-2011)	36.263167	0.574722	352	17.71	29.50	635	97
REL_N	Relizane	N	Arbres fruitiers bordures de champs et autoroute	-	35.969389	0.899000	819	15.22	29.50	742	112
REL_C	Relizane	C	Blé (2013-2018) / pomme de terre (2012-2011)	M (2017-2018) S (2013-2016)	35.971139	0.902333	855	15.10	29.30	748	112
CHN_N	Chlef_Nord	N	Champ de vigne et arbres forestier	-	36.499833	1.224722	22	17.72	22.90	718	115
CHN_C	Chlef_Nord	C	Blé (2014-2018) / Haricot (2012-2013)	M (2016-2018) S (2014-2015/2011)	36.503222	1.232028	40	17.68	22.90	729	117
CHS_N	Chlef_Sud	N	Frontières de zone industrielle (autoroute)	-	36.170750	1.243194	0	18.24	25.80	436	61
CHS_C	Chlef_Sud	C	Blé (2014-2018) / Orge (2012-2013)	M (2014-2018) S (2011-2013)	36.160028	1.242778	92	17.96	26.20	449	63
ADE_N	Ain_Defla	N	Frontière de champ de haricots et route de campagne	-	36.268139	2.194361	89	18.54	30.10	372	51
ADE_C	Ain_Defla	C	Blé (2012-2018) / Pomme de terre (2009-2011)	M (2018) S (2012-2017)	36.260278	2.201444	90	18.55	30.20	376	51
BOM_N	Boumerdès	N	Bordures de champs d'avoine et autoroute	-	36.764000	3.489972	130	17.78	26.90	426	77
BOM_C	Boumerdès	C	Blé (2015-2018) / Tomate (2014)	M (2015-2016) S (2013/2017-2018)	36.761222	3.480611	144	17.75	27.20	428	77
BOI_N	Bouira	N	Bordure adjacente du champ de culture de pommes de terre	-	36.397639	3.715028	62	18.57	30.00	393	63
BOI_C	Bouira	C	Blé (2011-2018) / Orge (2010)	M (2016-2018) S (2011-2015)	36.398694	3.722139	58	18.58	30.00	392	63
SET_N	Sétif	N	Zone industrielle (construction de bâtiments)	-	36.187917	5.303944	987	14.58	32.60	439	44
SET_C	Sétif	C	Blé (2012-2018) / Avoine (2011)	M (2014-2018) S (2011-2013)	36.183722	5.304472	987	14.58	32.60	439	44



Annexe 2. Nuages de points, coefficients de corrélation (Coef.) et valeurs- P (P) montrant l'absence de corrélations entre les distances en valeurs moyennes par site et les distances géographiques entre les sites (test de Mantel), pour chaque variable mesurée.

Annexe 3. Critère d'information d'Akaike (AIC), degré de liberté (df), valeurs de test du Chi carré (χ^2) et valeur- P (P) de modèles à effets mixtes linéaires et linéaires généralisés testant les effets de région (Reg), type d'habitat (Hab) et la région imbriquée dans le type d'habitat (Hab (Reg)) sur les traits phénotypiques et phénologiques enregistrés sur les 16 populations étudiées de *Sinapis arvensis*. Les valeurs P significatives sont indiquées en gras.

Model	df	Taux de germination			Sqrt (Taille des graines)			Nombre des feuilles			log10 (Taille finale)			log10 (Poids sec)			Taux de croissance relatif			Phénologie		
		AIC	χ^2	P	AIC	χ^2	P	AIC	χ^2	P	AIC	χ^2	P	AIC	χ^2	P	AIC	χ^2	P	AIC	χ^2	P
Null	3	969.7			-4194.0			1565.8			-473.3			9.7			2226.1			622.7		
Hab	4	967.4	4.26	0.059	-4194.8	2.84	0.092	1567.5	0.31	0.577	-474.2	2.90	0.089	-11.3	22.98	<0.001	2225.7	2.43	0.119	624.4	0.36	0.548
Reg	10	957.5	21.95	0.001	-4382.9	200.07	<0.001	1577.0	2.50	0.869	-493.7	31.57	<0.001	5.6	0.00	1.000	2215.0	24.40	0.001	579.9	56.46	<0.001
Hab (Reg)	18	939.0	34.47	<0.001	-4402.9	36.027	<0.001	1587.9	5.09	0.748	-488.3	10.57	0.227	-4.2	15.81	0.057	2197.9	33.85	<0.001	527.1	68.82	<0.001

Annexe 4. Tests de corrélation de PC1 (A) et PC2 (B) avec des caractères phénotypiques et phénologiques pour les populations C et N. Seuls les traits montrant un effet régional (à l'intérieur ou sans tenir compte du type d'habitat) dans les modèles LMM et GLMM (Annexe 3) ont été testés. Le degré de liberté (df), les valeurs de test et les coefficients de corrélation (t et cor pour le moment produit de Pearson pour les tests paramétriques, S et rho pour le rho de Spearman pour les tests non paramétriques) et les valeurs-*P* (*P*) sont donnés. Les valeurs *P* significatives sont indiquées en gras.

A)

Corrélations entre les variables et PC1	df	Valeur de test t/S	cor/rho	<i>P</i>
Taux de germination (N)	78	110868	-0.299	0.007
Taux de germination (C)	78	76968	0.098	0.388
Sqrt (taille des graines) (N)	798	-13.177	-0.446	<0.001
Sqrt (taille des graines) (C)	798	-11.920	-0.389	<0.001
log10 (taille finale) (C / N)	465	2.094	0.087	0.063
Taux de croissance relatif (N)	218	0.702	0.048	0.483
Taux de croissance relatif (C)	228	2.489	0.163	0.013
Stade phénologique (N)	227	5.504	0.343	<0.001
Stade phénologique (C)	235	6.113	0.370	<0.001

B)

Corrélations entre les variables et PC2	df	Valeur de test t/S	cor/rho	<i>P</i>
Taux de germination (N)	78	96464	-0.131	0.248
Taux de germination (C)	78	78629	0.078	0.489
Sqrt (taille des graines) (N)	798	1.140	0.076	0.331
Sqrt (taille des graines) (C)	798	1.060	0.073	0.405
log10 (taille finale) (C / N)	465	0.360	0.017	0.713
Taux de croissance relatif (N)	218	-1.965	-0.127	0.063
Taux de croissance relatif (C)	228	-1.793	-0.118	0.074
Stade phénologique (N)	227	-1.171	-0.043	0.310
Stade phénologique (C)	235	1.596	0.104	0.112

Annexe 5. A) Valeurs d'héritabilité (h^2) estimées par population pour chaque trait phénotypique et phénologique et en moyenne sur les traits. B) Résultats des tests de F -test et de Mann-Whitney utilisés pour évaluer la variance et l'égalité moyenne, respectivement, des valeurs de h^2 entre les populations d'habitat C et d'habitat N, pour chaque caractère quantitatif et sur la moyenne des traits. Les valeurs de test (F et W pour les tests F et Mann-Whitney, respectivement) et les valeurs- P (P) sont affichées.

A)

Code de population	Taille des graines	Nombre de feuilles	Taille finale	Poids sec	Taux de croissance relatif	Phénologie	Moyenne entre les traits (\pm SD)
ADE_C	0.6032	0.9256	0.3959	0.2312	0.4227	1.0000	0.5964 \pm 0.3083
BOI_C	0.6283	0.3973	0.6213	0.5822	0.3624	1.0000	0.5986 \pm 0.2276
BOM_C	0.4198	0.7177	0.3367	0.4006	0.7959	1.0000	0.6118 \pm 0.2657
CHN_C	0.6688	1.0000	0.8463	0.6190	0.4519	0.6687	0.7091 \pm 0.1902
CHS_C	0.4522	0.3455	0.4925	0.5069	0.4537	1.0000	0.5418 \pm 0.2315
MOS_C	0.5519	0.8782	0.3681	0.3901	0.5773	0.5091	0.5458 \pm 0.1837
REL_C	0.1599	0.2500	0.3055	0.3516	0.3880	0.2500	0.2842 \pm 0.0819
SET_C	0.3306	0.2703	0.3240	0.4304	0.3618	1.0000	0.4528 \pm 0.2732
ADE_N	0.3384	0.5825	0.3005	0.3947	0.2363	1.0000	0.4754 \pm 0.2827
BOI_N	0.4107	0.4636	0.2499	0.2991	0.2503	1.0000	0.4456 \pm 0.2852
BOM_N	0.5698	0.8269	0.3092	0.3755	0.2653	1.0000	0.5578 \pm 0.2996
CHN_N	0.2829	1.0000	0.4778	0.4952	0.6489	0.6410	0.5910 \pm 0.2408
CHS_N	0.2280	0.7255	0.7287	0.6710	0.5607	0.8816	0.6326 \pm 0.2237
MOS_N	0.5893	0.8801	0.2921	0.2606	0.6475	0.4222	0.5153 \pm 0.2364
REL_N	0.4868	0.2500	0.4809	0.4844	0.5284	0.1674	0.3996 \pm 0.1512
SET_N	0.6865	0.3810	0.6118	0.4558	0.6022	0.8750	0.6020 \pm 0.1744

B)

Test	Taille des graines	Nombre de feuilles	Taille finale	Poids sec	Taux de croissance relatif	Phénologie	Moyenne entre les traits
Mann-Whitney							
W	28.00	34.50	24.00	30.00	33.00	25.50	54.00
P	0.721	0.834	0.442	0.879	0.959	0.501	0.061
F - test							
F	0.88	0.70	0.852	1.03	1.58	1.12	1.99
P	0.870	0.644	0.838	0.966	0.561	0.881	0.382

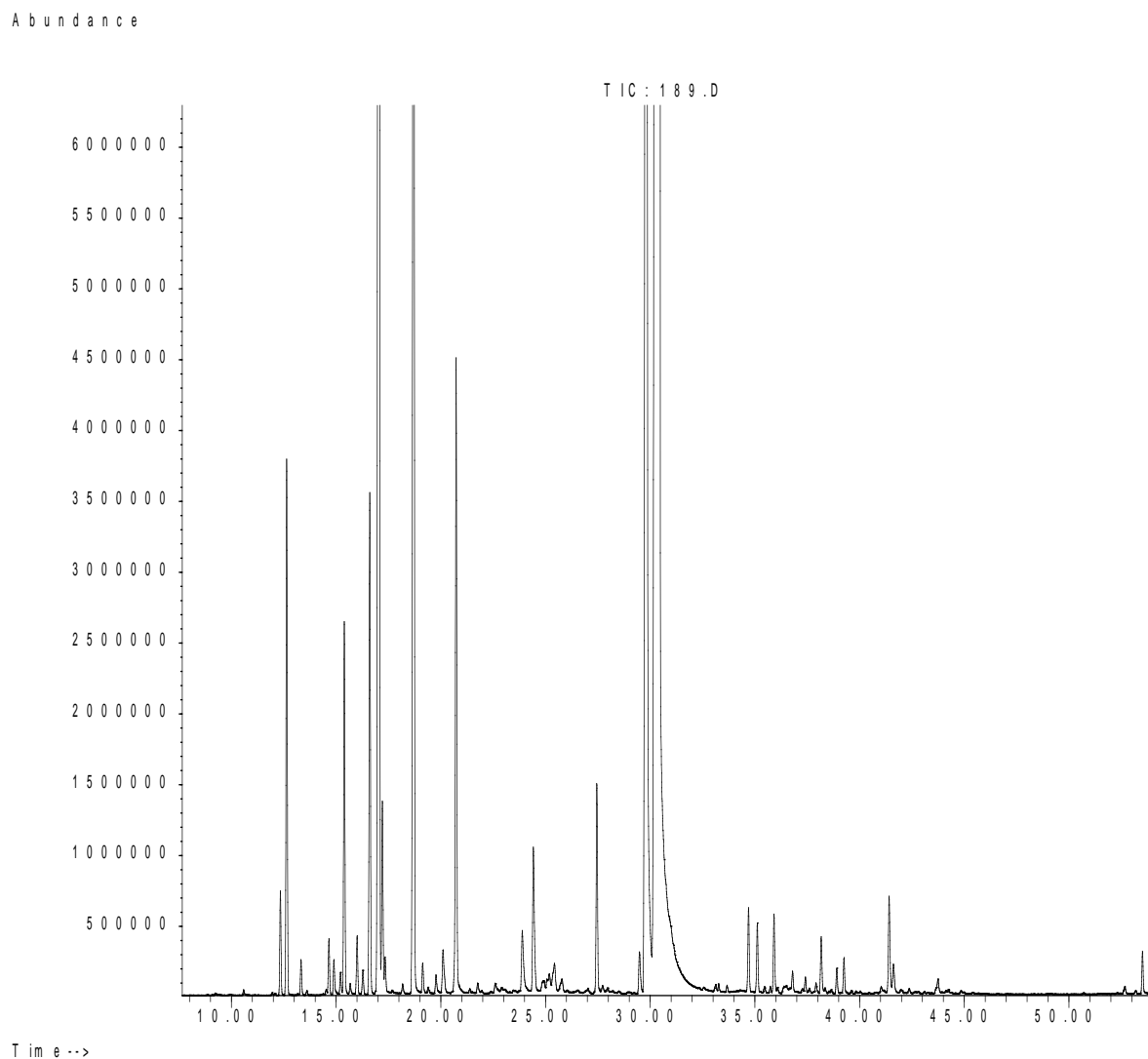
Annexe 6. Critère d'information d'Akaike (AIC), degré de liberté (df), valeurs de test du Chi carré (χ^2) et valeurs P (P) de modèles à effets mixtes linéaires et linéaires généralisés testant les effets du traitement (Trait), du type d'habitat (Hab) et leurs interactions (Trait \times Hab) sur les symptômes de phytotoxicité (Phytotox), 2 et 4 semaines après la pulvérisation, poids sec mesuré 6 semaines après la pulvérisation et la présence de nouveaux bourgeons, enregistrée sur les 16 populations de *Sinapis arvensis* étudiées. Les valeurs P significatives sont indiquées en gras.

Model	df	Phytotox 2 semaines			Phytotox 4 semaines			log10 (Poids sec)			Nouveaux bourgeons		
		AIC	χ^2	P	AIC	χ^2	P	AIC	χ^2	P	AIC	χ^2	P
Null	3	3323.8			2082.3			473.1			1108.6		
Hab	4	3325.7	0.08	1.000	2084.2	0.11	0.744	474.5	0.56	0.454	1110.5	0.09	0.765
Trait	4	3302.2	23.58	<0.001	2078.6	5.66	0.017	-236.3	712.05	<0.001	1086.1	24.49	<0.001
Treat x Hab	5	3304.1	0.09	0.769	2080.5	0.11	0.744	-237.0	1.26	0.261	1088.0	0.09	0.762

Annexe 7. Les paramètres physico-chimiques du sol des parcelles expérimentales.

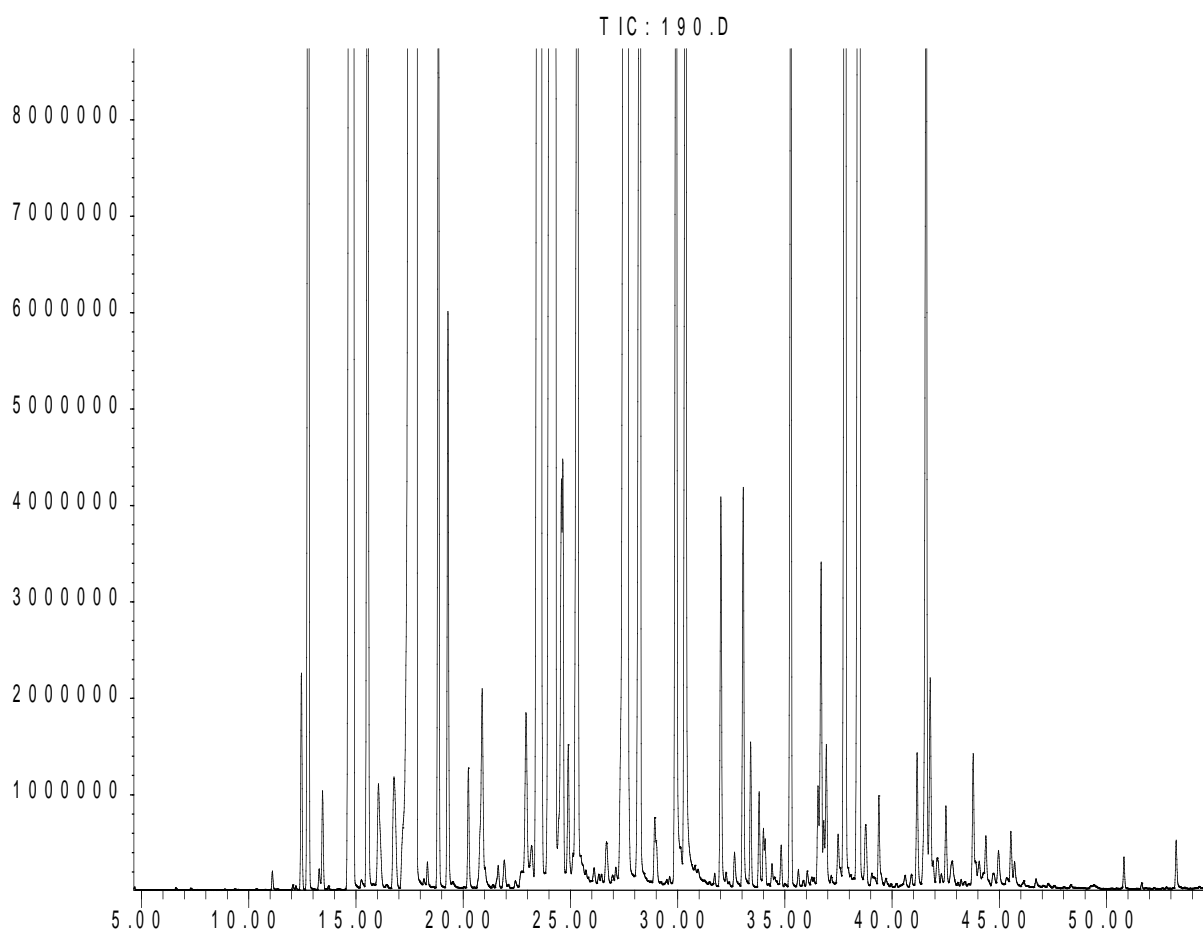
Paramètres du sol	Parcelle A	Parcelle B
Paramètres physiques	Valeurs	
Argile (%)	09,17	16,15
Limon (%)	69,50	64,55
Sable (%)	21,33	19,30
	*Texture limoneuse	*Texture limoneuse
pH	07,15	07,20
CE (dS/m)	0,68	0,81
Paramètres chimiques		
CaCO ₃ (%)	0,00	4,15
MO (%)	1,63	1,10
Azote (%)	0,008	0,016
Phosphore (PPm)	57,4	140,3
Potassium (mg/100 g)	0,54	0,50

A : parcelle de la culture de blé dur pour l'évaluation de l'activité herbicide des 3 huiles essentielles, B : parcelle sans culture pour l'évaluation de l'activité herbicide de la poudre enfouie dans le sol, * Déterminé par le triangle de texture du sol basé sur les pourcentages d'argile, de limon et de sable. MO: Matière Organique. CE: Conductivité Électrique exprimée en déci-Siemens par mètre (dS/m).

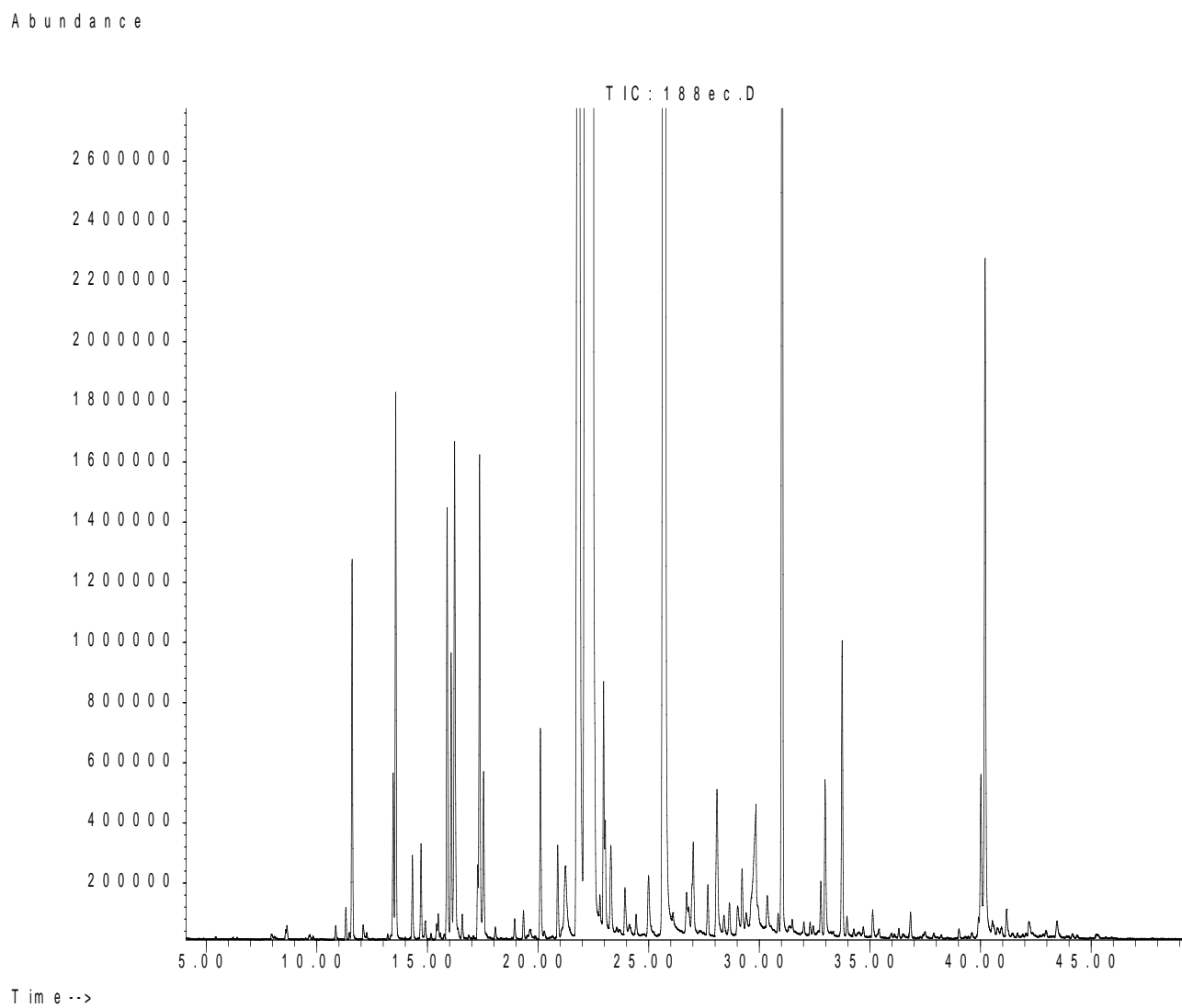


Annexes 8. Chromatogramme *GC-MS* de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii*

Abundance



Annexe 9. Chromatogramme *GC-MS* de l'huile essentielle de *Satureja calamintha* subsp. *nepeta*



Annexe 10. Chromatogramme *GC-MS* de l'huile essentielle d'*Eucalyptus citriodora*

Annexe 11. Identification et comptage de nombre d'espèces adventices dans le champ de blé dur après le traitement au stade tallage du blé dur (moyenne des deux ans successif 2016/2017 et 2017/2018 d'expérimentation).

Espèce adventice	Traitement											
	Témoin ⁺¹	Témoin ⁺²	Témoin ⁻	TF ¹	TF ²	TF ³	SC ¹	SC ²	SC ³	EC ¹	EC ²	EC ³
<i>Anacyclus clavatus</i>	41.50	39.33	1.5	24.33	12	5.67	39.50	38.67	24.17	29.17	19	6.33
<i>Xanthium strumarium</i>	2.83	2.83	1.5	1.33	0.50	0.17	2.83	2.67	0	2.50	1.33	0.67
<i>Fumaria officinalis</i>	6.17	6.17	0	8.17	6.67	0.33	5.67	5.33	3.50	5.17	0	0
<i>Medicago hispida</i>	1.50	1.83	0	1.67	1	0.50	1.50	1.50	0.67	1.33	1.33	1.67
<i>Polygonum aviculare</i>	6	6.33	1.5	4.17	2	1.33	5.67	5.67	4.83	4.67	1.67	0
<i>Linaria reflexa</i>	1.17	1.83	0	1.33	1	0.83	1.17	1.17	0.33	1.17	1.67	0
<i>Capsella bursa-pastoris</i>	1.67	1.83	0	1.67	1.50	0.67	1.67	1.67	2	1.33	1	0.83
<i>Avena sterilis</i>	8.83	10.67	1	5.33	2.33	2	8.33	8.50	7.83	7.67	6.33	1.17
<i>Anagalis arvensis</i>	2.83	3.33	0	2.83	2.17	1.83	2.83	2.83	3	2.83	2.67	1.50
<i>Emex spinosa</i>	1	1.33	0	1.17	1	0.17	1	1	0.33	1	2	1
<i>Convolvulus arvensis</i>	3.33	3.33	0	1.67	1	1	3.17	3.17	1.17	3.17	0	0
<i>Chrysanthemum sp.</i>	2.83	2.67	0	1.50	1.33	1	2.67	2.67	1.67	2.50	1	1
<i>Lamium amplexicaule</i>	2.50	1.67	0	1.83	1.67	1.33	2.50	2.50	1.33	2.17	2	1
<i>Cynodon dactylon</i>	2.17	2	0	1.83	1.50	1	2.17	2.17	1.33	2	0.67	0
<i>Sinapis arvensis</i>	6.83	4.50	0.5	2	0.50	0	5	4.50	0	2	0	0
<i>Oxalis pes-caprae</i>	3.17	3.67	0.833	1	1	0.50	3.17	3.67	2	3.17	0	0
<i>Papaver rhoeas</i>	2	2.17	0	3	2.67	1.17	2	2	2	2	0	0
<i>Senecio vulgare</i>	1.50	1.33	0	0.50	0.50	0.33	1.33	1.50	1	1.33	1	1
<i>Raphanus raphanistrum</i>	1.50	1.83	0	1	0.50	0.17	1.50	1.33	0.33	1.50	0	0
Nombre totale /traitement	99,33	98,65	6,833	66,33	40,84	20	93,68	92,52	57,49	76,68	41,67	16,17

Témoin¹ : l'Eau Distillé Stérile (EDS). Témoin²: EDS contient 0.02% de Tween-20. Témoin + : Herbicides Mustang® 360 SE + ACOPIE 240 EC, TF : Huile essentielle de *Thymus fontanesii*, SC : huile essentielle de *Satureja calamintha*, EC : huile essentielle d'*Eucalyptus citriodora*, ¹ : concentration 1% de l'huile, ² : concentration 2% de l'huile et ³ : concentration 3% de l'huile.

**PUBLICATIONS,
ATELIERS ET
COMMUNICATIONS**

PUBLICATIONS, ATELIERS ET COMMUNICATIONS

PUBLICATIONS

Benchaa S., Bouchemousse S., Abdelkrim H., Müller-Schärer H., 2021. Absence of genetic differentiation in performance traits of *Sinapis arvensis* populations from crop and non-crop habitats across Northern Algeria: Implications for management. *Weed Research*, DOI: 10.1111/wre.12481.

Benchaa S., Hazzit M., Abdelkrim H., 2018. Allelopathic effect of *Eucalyptus citriodora* essential oil and its potential use as bioherbicide. *Chemistry & Biodiversity*, DOI: 10.1002/cbdv.201800202 Chem. Biodiversity, 15, e1800202.

Benchaa S., Hazzit M., Zermane N., Abdelkrim H., 2019. Chemical composition and herbicidal activity of essential oils from two *Labiatae* species from Algeria. *Journal of Essential Oil Research*, <https://doi.org/10.1080/10412905.2019.1567400>.

ATELIERS

Predicting Outcomes of Species Interactions « linking ecology and evolution with demography and spread » Ecology & Evolution Days 13-14 September 2018, Fribourg, Switzerland.

Visions for a sustainable agriculture, in collaboration with the MAS-ICM of University of Neuchâtel & CABI Switzerland. Days 6-8 May 2019, Neuchâtel, Switzerland.

COMMUNICATIONS

Benchaa S., Hazzit M., Abdelkrim H., 2017. Bioherbicide potential of essential oils of *Thymus fontanesii* and *Eucalyptus citriodora* from Algeria, International Congress on Food, Agricultural, Biological and medical Science (FABMS-17), 17-18 Mai 2017, Istanbul, Turkey.

Allelopathic Effect of *Eucalyptus citriodora* Essential Oil and Its Potential Use as Bioherbicide

Sara Benchaa,*^a Mohamed Hazzit,^b and Hacène Abdelkrim^a

^aDepartment of Botany, École Nationale Supérieure d'Agronomie (ENSA), 1 Avenue Hassan Badi, 16200 El-Harrach, Algiers, Algeria, e-mails: s.benchaa@st.ensa.dz; sara.benchaa@outlook.fr

^bDepartment of Technology of Agricultural and Food Industries, École Nationale Supérieure d'Agronomie (ENSA), 1 Avenue Hassan Badi, 16200 El-Harrach, Algiers, Algeria

The current study aimed to evaluate the negative allelopathic effect of *Eucalyptus citriodora* essential oil on some of the most noxious weeds in Algeria (*Sinapis arvensis*, *Sonchus oleraceus*, *Xanthium strumarium* and *Avena fatua*). Gas chromatography-flame ionization detector (GC-FID) and GC/mass spectrometry (MS) were used to define the chemical composition of the oil. Citronellal (64.7%) and citronellol (10.9%) were the major essential oil compounds. Three concentrations of the oil were used for laboratory (0.01, 0.02 and 0.03%) and greenhouse (1, 2 and 3%) experiments. Seed germination and seedling's growth were drastically reduced in response to the oil concentrations where at 0.01 and 0.02% the oil drastically affects the seed germination of the tested weeds and at 0.03% the oil suppresses completely the germination of *S. arvensis*. The oil also exhibited strong allelopathic effect on the 3 – 4 leaf-stage plants 1 and 6 days after treatment. A completely death of *S. arvensis*, *S. oleraceus* and *A. fatua* and severe injuries on *X. strumarium* appeared at 3% of the oil. Chlorophyll content and membrane integrity were significantly affected after treatment of the plant weeds representing a severe reduction in total chlorophyll and cell membrane disruption. The study concludes that *E. citriodora* essential oil might has the potential use as bioherbicide and can constitute an alternative process of weed control.

Keywords: *Eucalyptus citriodora*, allelopathy, essential oil, GC-FID, GC/MS, bioherbicide.

Introduction

Herbicides are considered as important agrochemicals to increase food supply since weeds are responsible for the major reduction in crop production.^[1–3] Unfortunately, herbicides are more than just anti-weed agents because herbicides can affect non-target organisms by modifying the composition of plants or other organisms and by changing microclimates in a given ecosystem such as cultivated lands.^[4] The use of chemical herbicides beside their ecotoxicological effect could induce the emergence of resistant weed populations.^{[5][6]} To date, there have been 211 species and 393 biotypes of herbicide-resistant weeds.^[7] Since their negative effects on the environment and human health,^[2–8] alternative biological sources may be used to produce new and environmental-friendly herbicides. The safe process of controlling weeds is to define natural substances possess the potential of suppressing their emergence.^[9] Biological control is insistently required, opening up new opportunities for biopesticides.^[10] Allelopathy is defined by Rice^[11] as

'any direct or indirect, positive or negative effect, from one plant to another through the production of chemical compounds released into the environment'. This chemical compounds usually called allelopathins, allelochemicals or allelopathic compounds.^[7] Allelochemicals can be used as growth regulators, herbicides, insecticides and antimicrobial products for crop protection.^[12] Plants are known by their active chemicals, including essential oils that possess biological activity ranging from insecticidal,^[13] herbicidal,^[14] bactericidal^[15] and fungicidal^[16] properties and their possible use for integrated pest management is feasible.^[17–19] Essential oils are complex of volatile compounds, synthesized naturally in different plant parts during the process of secondary metabolism.^[20] Recently, there has been a growing interest in the use of essential oils as allelochemicals with a bioherbicide potential, some of which have already been marketed and successfully launched in organic agriculture.^{[7][21][22]} Essential oil extracted from the leaves of *Eucalyptus* spp. has shown a repellent and insecticide activity against insects,^{[23][24]} a fungicide activity against

several phytopathogenic fungi,^{[25][26]} bactericidal potential^[27] and herbicidal effect against various noxious weeds.^{[25][28 – 30]} The species *Eucalyptus citriodora* Hook., commonly known as lemon-scented eucalypt, has been extremely studied in terms of chemical analysis of its essential oil and its potential as biopesticides.^[19 – 31] It is a tall, graceful tree with drooping foliage^[17] and its essential oil can be obtained from leaves, buds and stem, however, the greatest amount of the oil is found in the leaves.^[17 – 32] Lemon-scented eucalypt essential oil showed negative allelopathic effect that interfere with the germination of seeds and seedlings growth of many weeds and revealed a high reduction in chlorophyll content and respiratory activity of a large spectrum of weedy plants.^{[17][19][28][33][34]} The objectives of the present study were to determine the chemical composition of *E. citriodora* essential oil from Algeria and to evaluate its negative allelopathic effect on some of the most troublesome weeds in Algerian crop fields (*Sinapis arvensis* L., *Sonchus oleraceus* L., *Xanthium strumarium* L. and *Avena fatua* L.) through a series of laboratory and greenhouse experiments.

Results and Discussion

Chemical Characterization of *E. citriodora* Essential Oil

The lemon-scented eucalypt essential oil has a yellow color and was obtained in the yield of 3.4% (v/w). GC-FID and GC/MS analysis revealed 31 compounds representing more than 87.4% of the oil. The oxygenated monoterpenes displayed the highest contribution (81.3%) among which citronellal was the most abundant compound (64.7%) followed by citronellol (10.9%) of the total constituents (Table 1). The chemical characterization of *E. citriodora* essential oil was previously investigated and it is in agreement with our findings where, Tolba *et al.*^[35] reported for the same major components, citronellal and citronellol of Algerian lemon-scented eucalypt oil which accounted for 69.77% and 10.63%, respectively. Furthermore, Ootani *et al.*^[19] found that citronellal presents 61.78% of total *E. citriodora* oil. Citronellal and citronellol were the most abundant compounds of *E. citriodora* essential oil harvested in 2013 and 2014 but with a large difference of concentrations between the 2 years.^[31] The differences in the concentrations of detected compounds can be related according to many factors: geographical location of plants, environment, weather and climate conditions, plant variety and ecotype, and harvest stage.^{[19][36][37]} Not only conditions of growth can affect the amounts of essential oil components, but also extraction methods may be the cause.^[36]

Allelopathic Effect on Germination, Shoot and Root Elongation

A wide negative allelopathic effect was noticed in laboratory experiments on the weed seeds with the three concentrations of the essential oil. The germination percentage of total seeds treated with 0.01% of the oil showed a significant reduction in all the weedy species except in *X. strumarium* (Table 2). Germination rate decreased with increasing concentrations, where the concentration 0.02% drastically reduced seed germination of *S. arvensis*, *S. oleraceus*, *A. fatua* and *X. strumarium* with a reduction of 93.6%, 90.91%, 81.17% and 61.66% relative to control, respectively. The highest concentration 0.03% totally inhibited the germination of *S. arvensis* seeds and showed a great inhibition effect on the others (Table 2). Similarly, germinated seeds in the treated Petri dishes showed a high significant effect of reduction in root and shoot lengths at the concentrations 0.02 and 0.03% compared with control (Table 2). Our finding is congruent with the results of Batish *et al.*^[33] where they found that *E. citriodora* essential oil at different concentrations inhibited seed germination of *Cassia occidentalis*, *Amaranthus viridis* and *Echinochloa crus-galli*. A negative allelopathic effect of lemon-scented eucalypt oil has also been detected by Setia *et al.*^[28] on *Bidens pilosa*, *Amaranthus viridis*, *Rumex nepalensis* and *Leucaena leucocephala* where the oil greatly suppress the germination and seedling height at concentrations ranging from 0.0012 to 0.06%. The emergence and root and shoot lengths of *Phalaris minor* seedlings decreased and completely ceased using 0.07% of the eucalypt oil.^[17] More specifically, the potential of the oil to suppress weed germination could be explain the biological activity of its major compound citronellal, where the pure citronellal was more effective at reducing seed germination of the weedy species *Digitaria horizontalis* and *Cenchrus echinatus* than the essential oil of *E. citriodora*.^[19] Further studies demonstrated that essential oils of *E. citriodora* and numerous aromatic plants rich in oxygenated monoterpenes are less phytotoxic towards crops compared to weed species.^[33 – 38] According to Batish *et al.*,^[39] the inhibitory effect of *E. citriodora* essential oil on seedling length was higher in the weedy species (*Amaranthus viridis* and *Echinochloa crus-galli*) than in the crop species (*Triticum aestivum* and *Oryza sativa*).

Allelopathic Effect under Greenhouse Condition

Under greenhouse conditions, plants, spray-treated with the three concentrations of eucalypt oil revealed

Table 1. Chemical composition (%) of *E. citriodora* essential oil^[a]

RI	Constituent	Percentage in total oil	Identification method
801	Butyl butanoate	t	RI, MS
930	α -Thujene	t	RI, MS
937	α -Pinene	0.6	RI, MS, coGC
951	Camphene	t	RI, MS, coGC
973	Sabinene	0.3	RI, MS, coGC
977	α -Pinene	0.8	RI, MS, coGC
990	α -Myrcene	0.1	RI, MS, coGC
1001	δ -2-Carene	0.2	RI, MS
1004	α -Phellandrene	t	RI, MS, coGC
1011	δ -3-Carene	t	RI, MS, coGC
1017	α -Terpinene	t	RI, MS, coGC
1024	<i>p</i> -Cymene	0.7	RI, MS, coGC
1030	Limonene	0.5	RI, MS, coGC
1032	1,8-Cineole	1.0	RI, MS, coGC
1038	<i>cis</i> - α -Ocimene	t	RI, MS
1039	Melonal	0.8	RI, MS
1060	γ -Terpinene	0.4	RI, MS, coGC
1087	α -Terpinolene	t	RI, MS
1112	<i>cis</i> -Rose oxide	0.4	RI, MS
1127	<i>trans</i> -Rose oxide	0.2	RI, MS
1146	Isopulegol	t	RI, MS
1153	Citronellal	64.7	RI, MS, coGC
1189	α -Terpineol	0.1	RI, MS, coGC
1192	Myrtenal	t	RI, MS
1228	Citronellol	10.9	RI, MS, coGC
1352	Citronellyl acetate	3.2	RI, MS
1394	<i>cis</i> -Jasmone	0.3	RI, MS
1419	α -Caryophyllene	0.5	RI, MS
1454	α -Humulene	0.1	RI, MS
1494	Bicyclogermacrene	0.1	RI, MS
1581	Caryophyllene oxide	1.5	RI, MS

^[a] Retention indices relative to *n*-alkanes (C₆ – C₂₀) on non-polar column HP 5MS; RI: comparison of retention index with bibliography; co-GC: comparison with authentic compounds; MS: comparison of mass spectra with MS libraries; t: traces (concentration < 0.05%).

varying levels of injury. The leaf chlorosis, necrotic spots and desiccation of plants observed 1 – 6 days after treatment increased with increasing concentrations of the oil (Figure 1). Visible injuries appeared, 1 day after treatment and showed a significant effect at the concentrations 2 and 3% in *S. arvensis* and *S. oleraceus*, while only the highest concentration presented a significant injury in *X. strumarium* and *A. fatua*. The level of injury recorded 6 days after treatment at the concentration 1% was $\geq 50\%$ at the test weeds except in *X. strumarium* (10%). However, at 2% of eucalypt oil the visible injury was statistically significant on all the weedy plants. At the highest concentration 3%, the lethality percentage was 100% in *S. arvensis*, *S. oleraceus* and *A. fatua* and 90% in *X. strumarium* (Figure 1). Previous works confirmed that *E. citriodora* oil express visible injuries on weeds where the treatment of *Phalaris minor* plants with

eucalypt oil caused visible injury, such as chlorosis and necrosis, wilting and even plant death.^[17] Furthermore, essential oil from *E. citriodora* caused a total death of 4-week old plants of *Parthenium hysterophorus* when treated with the concentrations 75 and 100 $\mu\text{L}/\text{mL}$.^[34] The injuries appeared on the test plants treated with eucalypt oil are not unexpected since the oil contain a high percentage of citronellal (64.7%). Essential oil of two *E. citriodora* biotypes presented the citronellal as the major compound 61.78%^[33] and 75%^[19] showed a great herbicidal effect on a four leaf-stage weed plants, which is consistent with our results.

Estimation of Chlorophyll Content

The total chlorophyll content in the 3 – 4 leaf-stage plants reduced depending on the oil concentration

Table 2. Effect of *E. citriodora* essential oil on seed germination and seedling's shoot and root elongation^[a]

Weeds	<i>E. citriodora</i> essential oil [%]	Germination Rate [%]	Root length [cm]	Shoot length [cm]
<i>S. arvensis</i>	Control 1	95 ± 0.85 ^a	2.31 ± 0.06 ^a	2.23 ± 0.07 ^a
	Control 2	95.6 ± 0.85 ^a	2.48 ± 0.06 ^a	2.3 ± 0.07 ^a
	0.01%	3.66 ± 0.85 ^b	0.01 ± 0.06 ^b	0 ± 0 ^b
	0.02%	2 ± 0.85 ^{bc}	0.01 ± 0.06 ^b	0 ± 0 ^b
	0.03%	0 ± 0 ^c	0 ± 0 ^b	0 ± 0 ^b
<i>S. oleraceus</i>	Control 1	99.5 ± 2.59 ^a	4.28 ± 0.19 ^a	0.78 ± 0.06 ^a
	Control 2	99.41 ± 2.59 ^a	4.35 ± 0.19 ^a	0.78 ± 0.06 ^a
	0.01%	23.83 ± 2.59 ^b	1.26 ± 0.19 ^b	0.51 ± 0.06 ^a
	0.02%	8.5 ± 2.59 ^c	0.08 ± 0.19 ^c	0.02 ± 0.06 ^b
	0.03%	4.5 ± 2.59 ^c	0.02 ± 0.19 ^c	0.008 ± 0.06 ^b
<i>X. strumarium</i>	Control 1	85 ± 3.41 ^a	6.13 ± 0.91 ^a	7.03 ± 0.64 ^a
	Control 2	91.66 ± 4.01 ^a	7.36 ± 0.64 ^a	7.35 ± 0.71 ^a
	0.01%	70 ± 8 ^a	2 ± 0.74 ^b	2.36 ± 0.61 ^b
	0.02%	30 ± 10 ^b	0.23 ± 0.16 ^b	0.56 ± 0.19 ^b
	0.03%	10 ± 3.65 ^b	0.02 ± 0.007 ^b	0.28 ± 0.13 ^b
<i>A. fatua</i>	Control 1	98.3 ± 2.51 ^a	6.5 ± 0.54 ^a	6.05 ± 0.36 ^a
	Control 2	98.83 ± 2.51 ^a	8.58 ± 0.54 ^a	6.96 ± 0.36 ^a
	0.01%	38.5 ± 2.51 ^b	1 ± 0.54 ^b	0.8 ± 0.36 ^b
	0.02%	17.66 ± 2.51 ^c	0.06 ± 0.54 ^b	0.04 ± 0.36 ^b
	0.03%	7.66 ± 2.51 ^c	0.05 ± 0.54 ^b	0.05 ± 0.36 ^b

^[a] Means followed by the same letter in each column are not significantly different as indicated by *Tukey's* test at a level of significance ≤ 0.05. The values are expressed as the mean ± standard error.

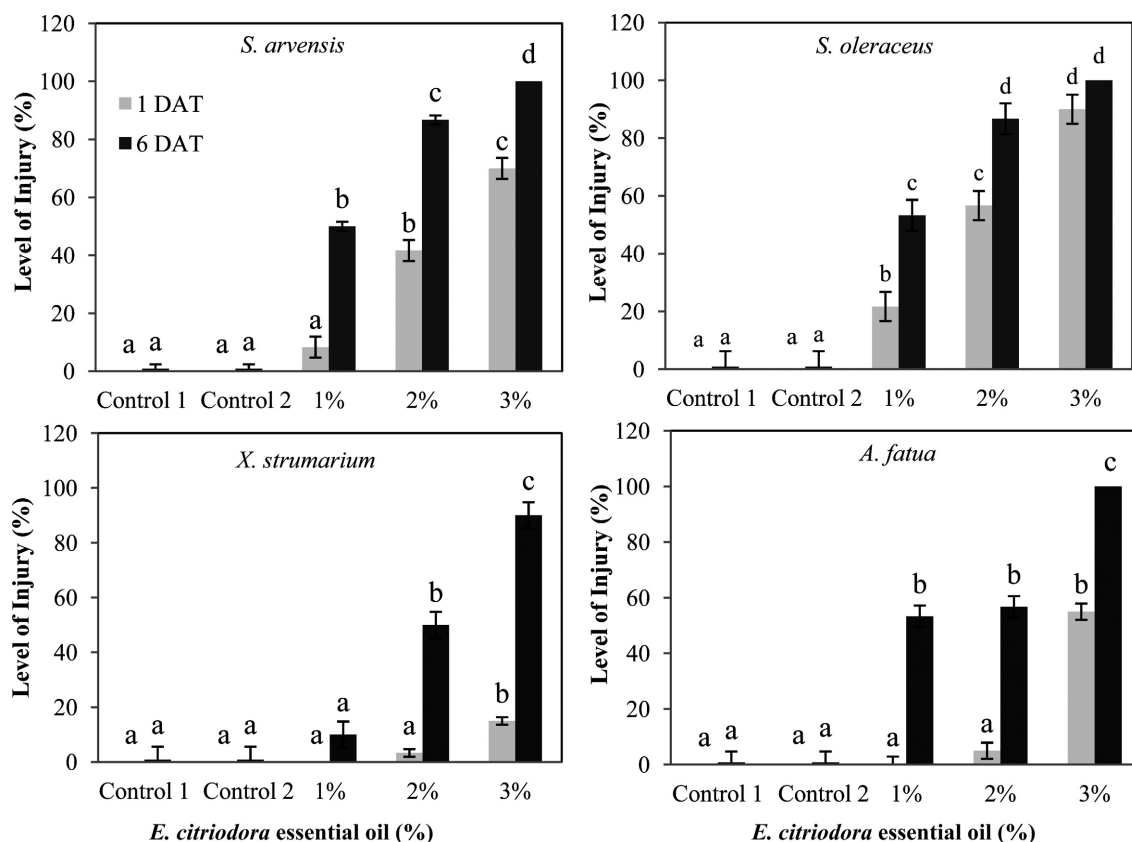


Figure 1. Effect of *E. citriodora* essential oil on the 3 – 4 leaf-stage weeds 1 day after treatment (1 DAT) and 6 days after treatment (6 DAT). Means with the same letter are not significantly different according to *Tukey's* test at a level of significance ($P \leq 0.05$). Vertical bars correspond to standard error.

(Table 3). Six days after treatment at 1% of eucalypt oil, the chlorophyll was reduced by 38.74, 48, 18.09 and 70.39% in *S. arvensis*, *S. oleraceus*, *X. strumarium* and *A. fatua*, respectively. At the concentrations 2 and 3%, the reduction in chlorophyll content was highly noticeable and statistically significant (Table 3). Our results are in accordance with prior works showing that essential oils and monoterpenes have a negative effect on chlorophyll content, and accordingly interfere with the photosynthetic apparatus of plants.^[17–40] The present result is consistent with previous research that reported a great decrease in chlorophyll content in *Cassia occidentalis*,^[33] *Phalaris minor*,^[17] *Bidens pilosa*, *Amaranthus viridis*, *Rumex nepalensis* and *Leucaena leucocephala*^[28] treated with *E. citriodora* essential oil. Likewise, essential oils and their individual components might affect the photosynthetic performance of plants.^[41] For instance, the citronellal compound has shown a strong reduction in chlorophyll content of leaf weeds^[19–42] and severity and speed of the onset of symptoms were similar to those caused by the photosystem I inhibitor herbicides.^[19] Although, in the present study, the decrease in chlorophyll content was not determined if it was due to inhibition of chlorophyll synthesis or degradation of existing chlorophyll while, according to previous works, it may be caused by the action of monoterpenes that interfere with the photosynthetic machinery of plants and prevent the chlorophyll synthesis or stimulate its degradation^[43] or specifically by the capture of electrons during photosynthesis and the formation of free radicals responsible for lipid peroxidation.^[44]

Effect on Membrane Leakage

Leakage of electrolytes per leaf disc increased with increasing concentration of the oil (Figure 2). The measurements of the electrical conductivity of plant tissues revealed a significant electrolyte leakage at the concentration 1% in the weedy species except in

A. fatua whereas an extreme significance decline of membrane integrity was recorded due to an intense ion leakage by the concentrations 2 and 3% (Figure 2). Many studies proved that *E. citriodora* essential oil perturbs the membrane integrity and consequently increase its permeability and thus enhance solute leakage.^{[17][34][45]} Changed membrane permeability in turn affects all other physiological and biochemical processes linked to membrane functioning.^[46] Furthermore, a previous study demonstrated that citronellal caused a rapid electrolyte leakage in the leaf tissue of numerous weed species and this quickness is linked to the fast membrane damage.^[47]

Conclusions

From the results of the current study, it could be concluded that *E. citriodora* essential oil express a strong negative allelopathic effect against tested weeds. Bioassays in the present article showed that the oil revealed herbicidal impact on seed germination, seedling's growth and plant sanitary state by reducing chlorophyll content and increasing membrane electrolyte leakage. Beside the earliest results of some research of crop species tolerance to *E. citriodora* oil, further studies must be conducted on many cultivated plants to certify the oil as a natural herbicide. In addition to that, field experiment in presence of both crop and weeds is prerequisite to evaluate the herbicidal potential of the essential oil under uncontrolled conditions.

Experimental Section

Plant Materials

Leaves of *E. citriodora* were collected in 2016 from a tree growing in the botanical garden of the National School of Agronomy (ENSA, ex. INA, Algiers). Seeds of the weedy species, *S. arvensis*, *S. oleraceus*, *X. strumarium* and *A. fatua*, were collected in 2016 from infested areas in the experimental fields of the ENSA. The taxonomic identity of all the plants was established by

Table 3. Effect of *E. citriodora* essential oil on the total chlorophyll content ($\mu\text{g/g}$ dry weight) of the test weeds^[a]

Weeds	<i>E. citriodora</i> essential oil [%]				
	Control 1	Control 2	1%	2%	3%
<i>S. arvensis</i>	22.3 \pm a	22.2 \pm a	13.6 \pm b	6.37 \pm c	1.77 \pm c
<i>S. oleraceus</i>	26 \pm a	25 \pm a	13 \pm b	4.6 \pm c	3.5 \pm c
<i>X. strumarium</i>	22.75 \pm a	23.11 \pm a	18.93 \pm a	16.96 \pm ab	10.94 \pm b
<i>A. fatua</i>	12 \pm a	12.9 \pm a	3.82 \pm b	1.79 \pm b	1.09 \pm b

^[a] Means with the same letter are not significantly different according to Tukey's test at a level of significance ($P \leq 0.05$). The values are expressed as the mean \pm standard error.

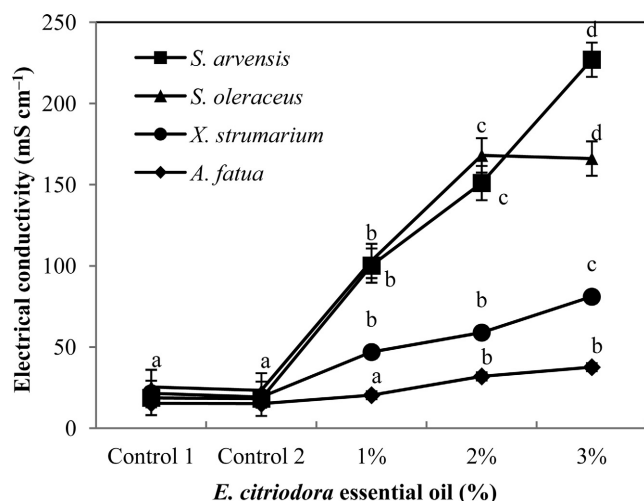


Figure 2. Effect of *E. citriodora* essential oil on the leakage of electrolytes of the test weeds. Vertical bars along each data point represent the standard error. Means with the same letter are not significantly different according to Tukey's test at a level of significance ($P \leq 0.05$).

comparison with voucher specimens of known identity already deposited with the Herbarium of the National School of Agronomy (ENSA), with the assistance of Prof. H. Abdelkrim, professor of weed science and plant ecology in the Botany Department of the ENSA.

Essential Oil Extraction

Leaves were dried in the shade at room temperature. The dried leaves were cut into 1 cm pieces and hydrodistilled using a Clavenger-type apparatus for 2 h. Sample oil was dried over anhydrous sodium sulfate.

Essential Oil Analysis Using Gas Chromatography-Flame Ionization Detector (GC-FID) and GC/Mass Spectrometry (GC/MS)

Lemon-scented eucalypt oil analyses were carried out using a Hewlett-Packard 6890 GC-FID system fitted with a fused silica gel-capillary column with apolar stationary phase HP 5MS (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m film thickness). GC conditions were: N_2 as carrier gas (0.5 mL/min); injector temperature 250 $^\circ$ C, injection mode (split ratio 1:25); injected volume (0.2 μ L); detector temperature (250 $^\circ$ C), column temperature programming: 8 min at 60 $^\circ$ C, then increased up to 250 $^\circ$ C at 2 $^\circ$ C/min, and then held isothermal for 20 min. Flame ionization detection was performed at 320 $^\circ$ C. The relative percentage compositions of the oils were computed by the normalization method from the GC peak areas, calculated as the mean value

of three injections, without using correction factors. Gas chromatography mass spectrometry (GC/MS) analysis was performed with a Hewlett-Packard computerized system comprising a 6890 gas chromatograph coupled to a quadrupole mass spectrometer (model HP 5973) equipped with a HP5 MS capillary column (5% phenylmethylsiloxane, 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μ m film thickness). Helium was the carrier gas at a flow rate of 0.5 mL/min; injected volume 0.2 μ L in split mode (1:25) at 250 $^\circ$ C. Temperature program of the oven is described above for GC analysis. For detection we used an ionization mode with electronic ionization impact at 70 eV over a scan range of 30 – 550 atomic mass units. The oil constituent identification was based on the comparison of their retention indices relative to C_6 – C_{20} *n*-alkanes with those in the literature and by matching their mass spectra against those of commercial mass spectra library (Wiley 7N) and other published spectral data.^{[48][49]}

Laboratory Experiment

Seeds of the four weeds were surface-sterilized with water/bleach (commercial NaClO) 10:2 solution for 5 min and then washed three times with sterile distilled water. To evaluate the allelopathic potential of lemon-scented eucalypt oil, three concentrations of 0.01, 0.02 and 0.03% were used. The oily solutions (distilled water/oil) were emulsified using the Tween-20 (0.02%) for a homogeneous dispersion of the treatment.^[50] Depending on the size of the seeds, the number of seeds and the diameter of the Petri dish differ. 50 seeds of *S. arvensis* and *S. oleraceus* were placed in Petri dishes of 4 cm of diameter, while 10 and 25 seeds of *X. strumarium* and *A. fatua*, respectively, were placed in Petri dishes of 9 cm of diameter. The two size of Petri dishes 4 and 9 cm, where contained two layers of filter paper moistened with 2 and 4 mL of the oily solutions, respectively. Distilled water and a 0.02% of Tween-20 in distilled water were served as controls (control 1 and control 2, respectively). All the Petri dishes were kept in a growth chamber maintained at 16/8 h light/dark period at 26 ± 3 $^\circ$ C. Treatments were arranged in a completely randomized design with six replications. After 7 days, the number of seeds that germinated was counted and their root and shoot lengths were measured.

Greenhouse Experiment

The allelopathic effect of *E. citriodora* oil was experimented on 3 – 4 leaf-stage plants of the weedy species under controlled greenhouse conditions using three

concentrations of the oil 1, 2 and 3% prepared as mentioned before using the emulsifier Tween-20 at 0.02%. Seeds were germinated in *Petri* dishes and after germination, 2 seedlings were raised in 8 cm diameter pot filled with 230 g soil (soil/potting soil 3:1, w/w) in a growth chamber at 27 ± 2 °C, 12/12 h light/dark photoperiod and a relative humidity of $72 \pm 2\%$. The pots were irrigated with tap water when necessary. When the plants were in the stage of 3 – 4 real leaves, they were spray-treated with the three concentrations using glass atomizer (2 mL per pot). Pots sprayed with distilled water and Tween-20 at 0.02% served as controls (control 1 and control 2, respectively). There were six replicates per treatment, maintained in a completely randomized design. The level of injury was noted daily, 1 day after treatment to 6 days after treatment and the phytotoxicity of the treatments was expressed as percent mean of injury appears on leaves. Six days after treatment, the leaves were plucked and used for the estimation of chlorophyll content and membrane integrity as detailed above.

Estimation of Chlorophyll Content

Total chlorophyll from 20 mg of leaves was extracted in 10 mL of acetone as per the method of *Tait and Hik*.^[51] Chlorophyll extract was transferred to a cuvette and spectrophotometer readings were made at 646 and 663 nm. The chlorophyll a and b were quantified using the equation of *Wellburn*^[52] and expressed on dry weight basis as suggested by *Rani and Kohli*.^[53]

Estimation of Membrane Damage

The effect of oil on membrane integrity was measured to assess the injury of membrane integrity. Five discs (10 mm of diameter) were excised from the treated leaves and immersed in culture tubes containing distilled water and soaked for 30 min in the darkness. Electrolyte concentration of the bathing medium was measured using a conductivity meter (Cond 7110 SET 1).^[54]

Statistical Analyses

All the experiments were repeated and the presented data are the average of the two experiments. One-way ANOVA (analysis of variance) with three concentrations of *E. citriodora* essential oil as factor ($P = 0.05$) were carried out on the seed germination, seedling's root and shoot lengths, level of injury, chlorophyll content and electrolyte leakage.

Significance differences between mean values were determined by *Tukey's* multiple comparison tests

at a level of significance of 0.05. All statistical analyses were performed with STATISTICA (8.5).

Acknowledgements

This study was supported by the *École Nationale Supérieure d'Agronomie* (ENSA, ex. INA), Algiers, Algeria.

Author Contribution Statement

S. Benchaâ collected the samples, carried out the experiments and wrote the manuscript. *M. Hazzit* made the chemical analyses and collected the GC-FID and GC/MS data. *H. Abdelkrim* revised, polished the manuscript and designed with *S. Benchaâ* the experiment. All authors read and approved the final manuscript.

References

- [1] V. S. Rao, 'Principles of Weed Science', 2nd edn., Science Publisher, New York, 2000.
- [2] A. S. Jurado, M. A. S. Fernandes, R. A. Videira, F. P. Peixoto, J. A. F. Vicente, in 'Herbicides and Environment', Ed. A. Kortekamp, InTech., Croatia, 2011, pp. 3 – 44.
- [3] L. P. Gianessi, 'The Increasing Importance of Herbicides in Worldwide Crop Production', *Pest Manag. Sci.* **2013**, *69*, 1099 – 1105.
- [4] V. Galhano, J. Gomes-Laranjo, E. Fernández-Valiente, R. Videira, F. Peixoto, in 'Herbicides and Environment', Ed. A. Kortekamp, InTech., Croatia, 2011, pp. 45 – 72.
- [5] W. Vencill, T. Grey, S. Culpepper, in 'Herbicides and Environment', Ed. A. Kortekamp, InTech., Croatia, 2011, pp. 585 – 594.
- [6] W. K. Vencill, R. L. Nichols, T. M. Webster, J. K. Soteris, C. Mallory-Smith, N. R. Burgos, W. G. Johnson, M. R. McClelland, 'Herbicide Resistance: Toward An Understanding of Resistance Development and the Impact of Herbicide-Resistant Crops', *Weed Sci.* **2012**, *60*, 2 – 30.
- [7] D. Soltys, U. Krasuska, R. Bogatek, A. Gniazdowska, in 'Herbicides-Current Research and Case Studies in Use', Eds. A. J. Price, J. A. Kelton, InTech., Croatia, 2013, pp. 517 – 542.
- [8] M. A. Blázquez, 'Role of Natural Essential Oils in Sustainable Agriculture and Food Preservation', *J. Sci. Res. Rep.* **2014**, *3*, 1843 – 1860.
- [9] A. Taban, M. J. Saharkhiz, 'Natural Phytotoxic Activity of Water Extracts and Dried Leaf Powders of Three *Satureja* Species', *Biocatal. Agric. Biotechnol.* **2015**, *4*, 594 – 602.
- [10] J. Popp, K. Pető, J. Nagy, 'Pesticide Productivity and Food Security. A Review', *Agron. Sustain. Dev.* **2013**, *33*, 243 – 255.
- [11] E. L. Rice, 'Allelopathy', 2nd edn., Academic Press, Florida, 1984.
- [12] F. Cheng, Z. Cheng, 'Research Progress on the Use of Plant Allelopathy in Agriculture and the Physiological and Ecological Mechanisms of Allelopathy', *Front. Plant Sci.* **2015**, <https://doi.org/10.3389/fpls.2015.01020>.
- [13] A. F. M. Barton, B. R. Clarke, B. Dell, A. R. Knight, 'Post-emergent Herbicidal Activity of Cineole Derivatives', *J. Pest. Sci.* **2014**, *87*, 531 – 541.

- [14] T. Tworowski, 'Herbicide Effects of Essential Oils', *Weed Sci.* **2002**, *50*, 425 – 431.
- [15] V. K. Bajpai, S.-R. Kang, H. Xu, S.-G. Lee, K.-H. Baek, S.-C. Kang, 'Potential Roles of Essential Oils on Controlling Plant Pathogenic Bacteria *Xanthomonas* Species: A Review', *Plant Pathol. J.* **2011**, *27*, 207 – 224.
- [16] E. Sturchio, L. Donnarumma, T. Annesi, F. Milano, L. Casorri, E. Masciarelli, M. Zanellato, C. Meconi, P. Boccia, 'Essential Oils: An Alternative Approach to Management of Powdery Mildew Diseases', *Phytopathol. Mediterr.* **2014**, *53*, 385 – 395.
- [17] D. R. Batish, H. P. Singh, N. Setia, R. K. Kohli, S. Kaur, S. S. Yadav, 'Alternative Control of Littleseed Canary Grass Using Eucalypt Oil', *Agron. Sustain. Dev.* **2007**, *27*, 171 – 177.
- [18] O. Koul, S. Walia, G. S. Dhaliwal, 'Essential Oils as Green Pesticides: Potential and Constraints', *Biopestic. Int.* **2008**, *4*, 63 – 84.
- [19] M. A. Ootani, M. R. dos Reis, A. S. R. Cangussu, A. Capone, R. R. Fidelis, W. Oliveira, H. B. Barros, A. C. F. Portella, R. S. Aguiar, W. F. dos Santos, 'Phytotoxic Effects of Essential Oils in Controlling Weed Species *Digitaria horizontalis* and *Cenchrus echinatus*', *Biocatal. Agric. Biotechnol.* **2017**, *12*, 59 – 65.
- [20] M. K. S. Swamy, M. S. Akhtar, U. R. Sinniah, 'Antimicrobial Properties of Plant Essential Oils Against Human Pathogens and Their Mode of Action: An Updated Review', *Evid. Based Complement. Altern. Med.* **2016**, <https://doi.org/10.1155/2016/3012462>.
- [21] X. Cai, M. Gu, 'Bioherbicides in Organic Horticulture', *Horticulturae* **2016**, <https://doi.org/10.3390/horticulturae2020003>.
- [22] Y. Gao, J. Li, J. Li, Z. Song, S. Shang, X. Rao, 'High Add Valued Application of Turpentine in Crop Production through Structural Modification and QSAR Analysis', *Molecules* **2018**, <https://doi.org/10.3390/molecules23020356>.
- [23] M. V. Maciel, S. M. Morais, C. M. L. Bevilacqua, R. A. Silva, R. S. Barros, R. N. Sousa, L. C. Sousa, E. S. Brito, M. A. Souza-Neto, 'Chemical Composition of *Eucalyptus* spp. Essential Oils and Their Insecticidal Effects on *Lutzomyia longipalpis*', *Vet. Parasitol.* **2010**, *167*, 1 – 7.
- [24] J. Olivero-Verbel, L. S. Nerio, E. E. Stashenko, 'Bioactivity Against *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae) of *Cymbopogon citratus* and *Eucalyptus citriodora* Essential Oils Grown in Colombia', *Pest Manag. Sci.* **2010**, *66*, 664 – 668.
- [25] A. Ben Ghnaya, M. Hanana, I. Amri, B. Hazar, S. Gargouri, B. Jamoussi, L. Hamrouni, 'Chemical Composition of *Eucalyptus erythrocorys* Essential Oils and Evaluation of Their Herbicidal and Antifungal Activities', *J. Pest. Sci.* **2013**, *86*, 571 – 577.
- [26] A. M. Elgorban, A. H. Bahkali, M. A. El-Metwally, M. Elshesh-tawi, M. A. Abdel-Wahab, 'In Vitro Antifungal Activity of Some Plant Essential Oils', *Int. J. Pharm.* **2015**, *11*, 56 – 61.
- [27] Y. Kahla, K. Zouari-Bouassida, F. Rezgui, M. Trigui, S. Tounsi, 'Efficacy of *Eucalyptus cinerea* as a Source of Bioactive Compounds for Curative Biocontrol of Crown Gall Caused by *Agrobacterium tumefaciens* Strain B6', *Biomed. Res. Int.* **2017**, <https://doi.org/10.1155/2017/930806>.
- [28] N. Setia, D. R. Batish, H. P. Singh, R. K. Kohli, 'Phytotoxicity of Volatile Oil from *Eucalyptus citriodora* Against Some Weedy Species', *J. Environ. Biol.* **2007**, *28*, 63 – 66.
- [29] M. Verdeguer, M. A. Blazquez, H. Boira, 'Phytotoxic Effects of *Lantana camara*, *Eucalyptus camaldulensis* and *Eriocephalus africanus* Essential Oils in Weeds of Mediterranean Summer Crops', *Biochem. Syst. Ecol.* **2009**, *37*, 362 – 369.
- [30] G. S. Vishwakarma, S. Mittal, 'Bioherbicidal Potential of Essential Oil from Leaves of *Eucalyptus tereticornis* Against *Echinochloa crus-galli* L.', *J. Biopest.* **2014**, *7*, 47 – 53.
- [31] C. A. Filomeno, L. C. A. Barbosa, R. R. Teixeira, A. L. Pinheiro, E. de Sa Farias, E. M. de Paula Silva, M. C. Picanço, 'Corymbia spp. and *Eucalyptus* spp. Essential Oils Have Insecticidal Activity Against *Plutella xylostella*', *Ind. Crop. Prod.* **2017**, *109*, 374 – 383.
- [32] L.-J. Zhou, F.-R. Li, L.-J. Huang, Z.-R. Yang, S. Yuan, L.-H. Bai, 'Antifungal Activity of *Eucalyptus* Oil Against Rice Blast Fungi and the Possible Mechanism of Gene Expression Pattern', *Molecules* **2016**, <https://doi.org/10.3390/molecules21050621>.
- [33] D. R. Batish, N. Setia, H. P. Singh, R. K. Kohli, 'Phytotoxicity of Lemon-Scented Eucalypt Oil and Its Potential Use as a Bioherbicide', *Crop Prot.* **2004**, *23*, 1209 – 1214.
- [34] H. P. Singh, D. R. Batish, N. Setia, R. K. Kohli, 'Herbicidal Activity of Volatile Oils from *Eucalyptus citriodora* Against *Parthenium hysterophorus*', *Ann. Appl. Biol.* **2005**, *146*, 89 – 94.
- [35] H. Tolba, H. Moghrani, A. Benelmouffok, D. Kellou, R. Maachi, 'Essential Oil of Algerian *Eucalyptus citriodora*: Chemical Composition, Antifungal Activity', *J. Mycol. Med.* **2015**, <https://doi.org/10.1016/j.mycmed.2015.10.009>.
- [36] J. R. Calo, P. G. Crandall, C. A. O'Bryan, S. C. Ricke, 'Essential Oils as Antimicrobials in Food Systems-A Review', *Food Control* **2015**, *54*, 111 – 119.
- [37] J. Sharifi-Rad, A. Sureda, G. C. Tenore, M. Daglia, M. Sharifi-Rad, M. Valussi, R. Tundis, M. Sharifi-Rad, M. R. Loizzo, A. O. Ademiluyi, R. Sharifi-Rad, S. A. Ayatollahi, M. Iriti, 'Biological Activities of Essential Oils: From Plant Chemoecology to Traditional Healing Systems', *Molecules* **2017**, <https://doi.org/10.3390/molecules22010070>.
- [38] A. Synowiec, D. Kalemba, E. Drozdek, J. Bocianowski, 'Phytotoxic Potential of Essential Oils from Temperate Climate Plants Against the Germination of Selected Weeds and Crops', *J. Pest. Sci.* **2016**, <https://doi.org/10.1007/s10340-016-0759-2>.
- [39] D. R. Batish, H. P. Singh, N. Setia, S. Kaur, R. K. Kohli, 'Chemical Composition and Phytotoxicity of Volatile Essential Oil from Intact and Fallen Leaves of *Eucalyptus citriodora*', *Z. Naturforsch. C* **2006**, *61*, 465 – 471.
- [40] H. P. Singh, D. R. Batish, R. K. Kohli, 'Allelopathic Effects of Two Volatile Monoterpenes Against Billy Goat Weed (*Ageratum conyzoides* L.)', *Crop Prot.* **2002**, *21*, 347 – 350.
- [41] H. Hazrati, M. J. Saharkhiz, M. Niakousari, M. Moeini, 'Natural Herbicide Activity of *Satureja hortensis* L. Essential Oil Nanoemulsion on the Seed Germination and Morphophysiological Features of Two Important Weed Species', *Ecotoxicol. Environ. Safety* **2017**, *142*, 423 – 430.
- [42] S. Vaid, 'Phytotoxicity of Citronellol Against *Amaranthus viridis* L.', *Int. J. Eng. Appl. Sci.* **2015**, *2*, 94 – 96.
- [43] Y. H. Zhou, J. Q. Yu, in 'Allelopathy: A Physiological Process with Ecological Implications', Eds. M. J. Reigosa, N. Pedrol, L. Gonzalez, Springer, Dordrecht, 2006, pp. 127 – 139.
- [44] S. Vaid, 'Phytotoxicity of Citronellol Against Two Weedy Species', *Int. J. Curr. Microbiol. Appl. Sci.* **2016**, *5*, 560 – 564.

- [45] S. Chaturvedi, J. Pandey, V. C. Dhyani, S. K. Guru, R. Kaushal, 'Phytotoxic Potential of *Eucalyptus* Leaf Essential Oil to Control *Parthenium hysterophorus* L.', *Allelopath. J.* **2012**, *29*, 315 – 324.
- [46] S. Kaur, H. P. Singh, S. Mittal, D. R. Batish, R. K. Kohli, 'Phytotoxic Effects of Volatile Oil from *Artemisia scoparia* Against Weeds and Its Possible Use as a Bioherbicide', *Ind. Crop Prod.* **2010**, *3*, 54 – 61.
- [47] H. P. Singh, D. R. Batish, S. Kaur, R. K. Kohli, K. Arora, 'Phytotoxicity of the Volatile Monoterpene Citronellal Against Some Weeds', *Z. Naturforsch. C* **2006**, *61*, 334 – 340.
- [48] R. P. Adams, 'Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry', 4th edn., Allured Publishing Corp, USA, 2007.
- [49] V. I. Babushok, P. J. Linstrom, I. G. Zenkevich, 'Retention Indices for Frequently Reported Compounds of Plant Essential Oils', *J. Phys. Chem. Ref. Data* **2011**, *40*, 1 – 47.
- [50] S. Mutlu, O. Atici, N. Esim, E. Mete, 'Essential Oils of Catmint (*Nepeta meyeri* Benth.) Induce Oxidative Stress in Early Seedlings of Various Weed Species', *Acta Physiol. Plant.* **2011**, *33*, 943 – 951.
- [51] M. A. Tait, D. S. Hik, 'Is Dimethylsulfoxide a Reliable Solvent for Extracting Chlorophyll Under Field Conditions?', *Photosynth. Res.* **2003**, *78*, 87 – 91.
- [52] A. R. Wellburn, 'The Spectral Determination of Chlorophylls *a* and *b*, as Well as Total Carotenoids, Using Various Solvents with Spectrophotometers of Different Resolution', *J. Plant Physiol.* **1994**, *144*, 307 – 313.
- [53] D. Rani, R. K. Kohli, 'Fresh Matter is Not An Appropriate Relation Unit for Chlorophyll Content: Experience from Experiments on Effects of Herbicides and Allelopathic Substances', *Photosynthesis* **1991**, *25*, 655 – 657.
- [54] A. Stoktosa, R. Matraszek, M. B. Isman, M. K. Upadhyaya, 'Phytotoxic Activity of Clove Oil, Its Constituents and its Modification by Light Intensity in Broccoli and Common Lambsquarters (*Chenopodium album*)', *Weed Sci.* **2012**, *60*, 607 – 611.

Received April 30, 2018

Accepted June 11, 2018

Chemical composition and herbicidal activity of essential oils from two Labiatae species from Algeria

Sara Benchaa, Mohamed Hazzit, Nadjia Zermane & Hacène Abdelkrim

To cite this article: Sara Benchaa, Mohamed Hazzit, Nadjia Zermane & Hacène Abdelkrim (2019): Chemical composition and herbicidal activity of essential oils from two Labiatae species from Algeria, Journal of Essential Oil Research, DOI: [10.1080/10412905.2019.1567400](https://doi.org/10.1080/10412905.2019.1567400)

To link to this article: <https://doi.org/10.1080/10412905.2019.1567400>



Published online: 12 Feb 2019.



Submit your article to this journal [↗](#)



View Crossmark data [↗](#)



Chemical composition and herbicidal activity of essential oils from two Labiatae species from Algeria

Sara Benchaa^a, Mohamed Hazzit^b, Nadja Zermane^c and Hacène Abdelkrim^a

^aDepartment of Botany, Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie (ENSA, ex. INA), Algiers, Algeria; ^bDepartment of Technology of Agricultural and Food Industries, Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie (ENSA, ex. INA), Algiers, Algeria; ^cFaculty of Sciences, University Algiers 1, Algiers, Algeria

ABSTRACT

The aim of the present study was the evaluation of the phytotoxic effect of essential oils (EOs) from two Labiatae species, namely *Thymus fontanesii* Boiss. et Reut. and *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* Briq. on some of the most harmful weeds in Algeria (*Sinapis arvensis* L., *Avena fatua* L., *Sonchus oleraceus* L., *Xanthium strumarium* L. and *Cyperus rotundus* L.). EOs isolated by hydrodistillation were analyzed by gas chromatography-flame ionization detector (GC-FID) and GC-mass spectrometry (MS). Carvacrol (52.1%), thymol (13.3%), p-cymene (12.2%) and γ -terpinene (8.1%) were the dominant compounds in *T. fontanesii* EO, while 1,8-cineole (28.4%), pulegone (10.2%), menthone (9.7%) and isomenthone (9.6%) were the most important constituents of *S. calamintha* EO. The bio-assessments showed a wide herbicidal effect on seed germination (EOs at 0.01, 0.02 and 0.03%) and 3–4 leaf stage weeds (EOs at 1, 2 and 3%) due to the disruption of their physiological process. Based on our results, it can be concluded that the EOs could be exploited for weed biocontrol.

ARTICLE HISTORY

Received 8 August 2018
Accepted 29 December 2018

KEYWORDS

Biocontrol; essential oil; GC-FID/GC-MS; labiatae; phytotoxicity; weed

1. Introduction

Weed management is considered to be the most important crop protection strategy, as weeds are the major constraint to crop production with yield losses reaching up to 45%, more than those caused by crop pests (1). Therefore, herbicides accounted for 50% of the total pesticides used in the world with more than 75% used in developed countries (2). The application of synthetic herbicides had toxicological effects on both environment and human health (3). Multiple resistances have evolved to synthetic herbicides resulting in the emergence of resistant weed biotypes (4). Considering this fact as a real threat to crops and human health, the search for new control strategies based on novel compounds, particularly natural products such as essential oils (EOs), with herbicidal potential becomes a necessity (5,6). Weed biocontrol is a known strategy for minimizing the noxious effect of the most harmful weeds worldwide. EOs are very interesting natural plant products, and among other qualities, they possess various biological properties (7). Various plant EOs showed a large spectrum of activity against insects (8) and plant pathogenic bacteria (9) and fungi (10). Lamiaceae (previously Labiatae) is a very important medicinal plant family whose members are often aromatic, whatever herbs or shrubs (11). Many

Labiatae species have been reported to be biologically active and are widely used in folk medicine because of their antibacterial and antifungal properties (12), besides their use in the treatment of wounds, gastritis, infections, dermatitis, bronchitis and inflammation (13). Further, many research proved that plants in Labiatae family possess EOs with herbicidal activity (2,14–17). The genera *Thymus* and *Satureja* are among the largest within the Labiatae family which contains about 220 genera. The genus *Thymus* L. (thyme) consists of about 350 species of perennial aromatic herbs and sub-shrubs native to Europe, North Africa and Asia. Various types of thyme are used worldwide as condiments, ornamentals and sources of EOs (18). The genus *Satureja* L. (savory) includes about 200 species of herbs and shrubs, often aromatic, broadly distributed in the Mediterranean area, Asia and North America (19–21). The herbicidal activity of both genera was previously evaluated on many weedy species (2,14,22).

Thymus fontanesii Boiss. et Reut. (syn. *Thymus pallescens* de Noé) and *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* L. (Briq.) are both aromatic plants native to Algeria (23) and widely used by local population for their medicinal properties. The aim of the present research was the evaluation of the herbicidal activity of *T. fontanesii* and *S. calamintha* EOs, to control the most troublesome

weeds in Algeria, namely *Sinapi sarvensis* L., *Avena fatua* L., *Sonchus oleraceus* L., *Xanthium strumarium* L. and *Cyperus rotundus* L. To the best of our knowledge, no study has previously been conducted on the herbicidal potential of *T. fontanesii* and *S. calamintha* EOs.

2. Materials and methods

2.1. Plant materials

T. fontanesii and *S. calamintha* plant samples were collected during the flowering stage in 2016 from Medea region (Tablat: 84 Km South Algiers) and Chlef region (Tenes forest: 261 Km western Algiers), respectively. Seeds of *Sinapis arvensis*, *Avena fatua*, *Sonchus oleraceus*, *Xanthium strumarium* and *Cyperus rotundus* were collected in 2016 from infested experimental fields at the Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie (ENSA, ex. INA, Algiers). These weed species were selected for the study because they are common and economically important in Algeria. They also represent a diversity of plant genera and seed morphologies. *T. fontanesii*, *S. calamintha* and the weed plants collected were identified using voucher specimens deposited in the herbarium of the Botany department of ENSA. Identification was further confirmed by H. Abdelkrim, professor of weed science in the same department.

2.2. Extraction of essential oils

T. fontanesii and *S. calamintha* plant samples were dried in the shade at room temperature. The dried aerial parts were cut into 1cm pieces and hydrodistilled using a Clavenger-type apparatus for 2 h. Sample oils were dried with anhydrous sodium sulfate and stored in sealed vials at 4°C until use for bioherbicidal assessments.

2.3. Analysis of the oils using gas chromatography-flame ionization detector (GC-FID) and GC-mass spectrometry (MS)

2.3.1. GC-FID analyses

The analyses of EOs from aerial parts of *T. fontanesii* and *S. calamintha* were performed using a Hewlett-Packard 6890 GC-FID system fitted with a fused-silica-capillary column with apolar stationary phase HP5MS (5% phenyl methylsiloxane, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm film thickness). GC conditions were: [N₂ as carrier gas - (0.5 mL/min); injector temperature 250°C, injection mode (split ratio 1:25); injected volume (0.2 μL); detector temperature (250°C), column temperature programming: 8 min at 60°C, then increased up to 250°C at 2°C/

min, and then held isothermal for 20 min]. Flame ionization detection was performed at 320°C. The relative percentage compositions of the oils were computed by the normalization method from the GC peak areas and then calculated as the mean value of three injections, without using correction factors.

2.3.2. GC-MS analyses

Gas chromatography mass spectrometry (GC-MS) analysis was performed with a Hewlett-Packard computerized system comprising a 6890 gas chromatograph coupled to a quadrupole mass spectrometer (model HP 5973) equipped with a HP5 MS capillary column (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm film thickness). Helium was the carrier gas at a flow rate of 0.5 mL/min; injected volume 0.2 μL in split mode (1:25) at 250°C. Temperature program of the oven is described above for GC analysis. For detection, we used an ionization mode with electronic ionization impact at 70 eV over a scan range of 30–550 atomic mass units.

2.3.3. Compound identification

The identification of the constituents of the oils was based on the comparison of their retention indices relative to C₆-C₂₀ n-alkanes with those in the literature and with those of available authentic standards and by matching their mass spectra with those of commercial mass spectra library (Wiley 7N) and other published spectral data (24–26).

2.4. Preparation of essential oil solutions

In order to assess the phytotoxic effects of *T. fontanesii* and *S. calamintha* EOs, three concentrations were used. For the seed germination assay *in vitro* a 10, 20 and 30 μL of EO was mixed with 100 mL of distilled water to have the concentrations 0.01, 0.02 and 0.03%, respectively. For the greenhouse studies, three concentrations were used 1, 2 and 3%. Tween-20 at 0.02% concentration was added to the solutions as an emulsifying agent. A 0.02% solution of Tween-20, containing no EO served as control. The solutions were stored at 4°C until bioassayed.

2.5. Germination bioassays

Before germination tests, the weed plant seeds were surface-sterilized with 10:2 water/bleach (commercial NaOCl) solution for 5 min and then washed three times with sterile distilled water. Seeds were blotted dry then placed in sterile Petri dishes lined with double layer of filter paper (Whatman® GF/A). After treatment with the above-mentioned EO concentrations, applied

separately, Petri dishes were sealed with Parafilm® and allowed to germinate for 7 days under the conditions listed in Table 1.

Treatments were arranged in a completely randomized design with six replicates. After 7 days, germination rates were recorded and seedling's root and shoot lengths were measured. The percentage of germination inhibition was calculated using the following equation:

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

where *C* is the germination mean rate in the control plates. *T* is the germination mean in the EO-treated plates.

2.6. Greenhouse experiment

Seedlings of each of the weedy species were raised in 8-cm-diameter plastic pots (two seedlings per pot) filled with 230 g sterilized mixture (soil: potting soil, 3:1, w/w) placed in a growth chamber (27 ± 2°C, 12/12 h light/dark photoperiod and 72 ± 2% Relative Humidity). The pots were irrigated with tap water when necessary. When the plants reached the stage of 3–4 real leaves, they were sprayed with 1, 2 and 3% solutions of thyme and savory EOs using glass atomizer (2 ml per pot). Pots sprayed with the same amount of 0.02% Tween-20 in water served as control. Six replicates per treatment in a complete randomized design were performed. The level of injury was recorded daily (1–6 days after treatment) and phytotoxicity of the EO treatments was expressed as percent mean of injury appearing on the leaves. At the end of the experiment (six days after treatments), the leaves were plucked and used for the estimation of chlorophyll content and membrane integrity as below detailed.

2.7. Determination of total chlorophyll content

Total chlorophyll from 20 mg of leaves was extracted in 10 mL of acetone (80%) as described by Tait and Hik (27). Chlorophyll extract was transferred to a cuvette and spectrophotometer readings were made at 646 and 663 nm. The chlorophyll was quantified using the equation of Wellburn's (28) and then expressed on dry weight (29).

2.8. Effect on membrane leakage

The effect of thyme and savory EOs on membrane integrity was measured to assess tissue damage. Five discs (Ø = 10 mm) were excised from the EO-treated and control leaves and immersed in distilled water (bathing medium) for 30 min, then the conductivity of the medium was measured (C1) using a conductometer (Cond 7110 SET 1). Thereafter, test tubes containing leaf tissues were boiled for 15 min and the conductivity was again measured (C2). The relative electrolyte leakage (REL) was calculated using the following formula and expressed in percentage (30): %REL = C1/C2 × 100 .

2.9. Statistical analyses

All the experiments were repeated, and the presented data are the average of the two experiments. Two-way ANOVA (analysis of variance) with the three concentrations and the two EOs as factors (*P*-value = 0.05) were carried out on the seed germination, seedling's root and shoot lengths, level of injury, chlorophyll content and relative electrolyte leakage.

Significance of differences between mean values was determined by the Tukey's multiple comparison tests at a level of significance of 0.05. All statistical analyses were performed with STATISTICA (8.5, 2014) software.

3. Results

3.1. Chemical composition of essential oils of *Thymus fontanesii* and *Satureja calamintha* subsp. *nepeta*

In the present study, extraction of the dried aerial parts of *T. fontanesii* and *S. calamintha* resulted in red yellow and pale yellow EOs, yielding 3.8% (v/w) and 2.2% (v/w), respectively. Forty-seven compounds were detected in the EO of *T. fontanesii*, (Figure 1) representing 98.2% of the oil, of which the major components were found to be carvacrol (52.1%), thymol (13.3%), p-cymene (12.2%) and γ-terpinene (8.1%) (Table 2). Whereas, 70 compounds were identified in the EO of *S. calamintha* (Figure 2) representing 97.4% of the oil, where 1,8-cineole (28.4%),

Table 1. Conditions of the weed seed germination bioassay *in vitro*.

Weed species	Ø of Petri dish (cm)	Seeds per dish	Volume added (Water/EO, mL)	Incubation period (day)	Environmental conditions
<i>S. arvensis</i>	4	25	2	7	28°C dark/Light
<i>A. fatua</i>	9	25	4	7	25°C dark
<i>S. oleraceus</i>	4	50	2	7	25°C dark
<i>X. strumarium</i>	9	10	4	7	30°C dark
<i>C. rotundus</i>	9	50	4	7	30°C dark

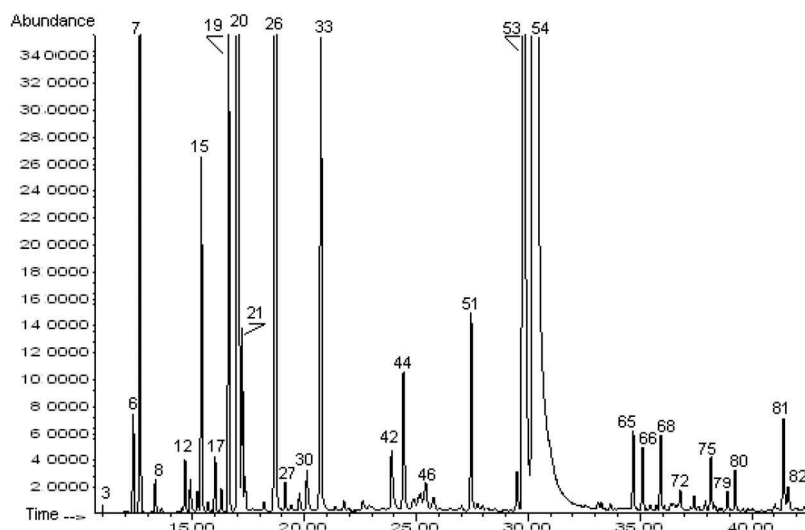


Figure 1. (GC/MS) chromatogram of essential oil of *T. fontanesii*.

Note: Peak numbers correspond to ordinal numbers in Table 2.

pulegone (10.2%), menthone (9.7%) and isomenthone (9.6%) were the major constituents (Table 2). The oils of *T. fontanesii* and *S. calamintha* were characterized by high amounts of oxygenated monoterpenes 67.4% and 71.5%, respectively, where carvacrol and 1,8-cineole had the highest percentage.

3.2. Effect on weed seed germination

Germination bioassays were carried out to assess the bioherbicidal effect of *T. fontanesii* and *S. calamintha* EOs at different concentrations. *T. fontanesii* and *S. calamintha* at 0.03% EOs showed a wide herbicidal spectrum towards seed germination of the five weedy species. The germination inhibition rates notably increased with increased EOs concentrations. At the highest concentration (0.03%), *T. fontanesii* EO showed the greatest germination inhibition rate with up to 100% in *S. arvensis*, *A. fatua*, *S. oleraceus* and *C. rotundus* and 84.5% in *X. strumarium*. *S. calamintha* EO inhibited germination of the weedy species by more than 80% except for *S. arvensis*, where 50% inhibition compared to control was recorded.

At lower concentrations (0.02 and 0.01%), both thyme and savory showed germination inhibition, although thyme had the higher seed germination inhibition effect, while in the controls germination, inhibition rates were 0.5–10% (Table 3). These results indicate that *T. fontanesii* and *S. calamintha* EOs severely affected seed germination of the five weeds. Likewise, the two EOs at the three concentrations caused a high significant reduction of root and shoot seedling's lengths compared with the untreated control (Table 3).

3.4. Effect under greenhouse conditions

Application of thyme and savory EOs on the weed species at 3–4 leaf stage under greenhouse conditions caused severe injury with phytotoxic symptoms including wilting, leaf chlorosis, necrotic spots and desiccation. The visible injury symptoms observed 1–6 days after treatment increased with increasing concentrations of the EOs. Phytotoxic symptoms appeared, 1 day after treatment with thyme EO at the highest concentration ($R^2 \geq 0.6$), where *S. oleraceus* (83.3%) had the greatest injury percentage, followed by *S. arvensis* (80%), *A. fatua* with 43.3% and *X. strumarium* and *C. rotundus* with 11.7% (Figure 3). The appearance of phytotoxicity symptoms caused by savory EO was delayed compared to those of thyme ($R^2 = 0.6$). The level of injury recorded six days after treatment was statistically significant on all weeds treated with thyme oil ($R^2 \geq 0.786$), where it leads to a complete death of *S. arvensis*, *S. oleraceus* and *A. fatua* when treated with the highest concentration. The phytotoxicity of savory EO was less effective compared to that of thyme but still statistically significant ($R^2 \geq 0.784$) except in *S. oleraceus* (Figure 3).

3.5. Effect on chlorophyll content

The chlorophyll content in the 3–4 leaf stage plants treated with thyme and savory EOs was reduced depending on the oil concentrations (Figure 4). At 1% thyme oil, chlorophyll content decreased by more than 50% in *S. arvensis* and *A. fatua* and the same percentage

Table 2. Chemical compositions (%) of *T. fontanesii* and *S. calamintha* essential oils.

N°	Constituents	RI ^a	LRI ^b	<i>Thymus fontanesii</i>	<i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i>
1	2-Ethylfuran	704	702	-	t
2	2,5-Diethyltetrahydrofuran	727	727	-	t
3	2-Methylbutanoic acid	863	863	t	-
4	3-Heptanone	886	886	t	-
5	Tricyclene	925	923	-	t
6	α -Thujene	930	928	0.3	0.2
7	α -Pinene	937	937	1.6	2.3
8	Camphene	951	946	0.1	0.1
9	Thuja-2,4 (10)-diene	957	956	-	t
10	Verbenene	965	961	t	-
11	Sabinene	973	971	t	4.1
12	β -Pinene	977	974	-	3.8
13	1-Octen-3-ol	980	980	0.1	t
14	3-Octanone	985	985	0.1	-
15	β -Myrcene	990	988	1.1	1.7
16	3-Octanol	993	993	t	0.2
17	α -Phellandrene	1004	1002	0.2	-
18	δ -3-Carene	1011	1008	0.1	-
19	α -Terpinene	1017	1014	1.6	0.2
20	p-cymene	1024	1024	12.2	t
21	Limonene	1030	1030	0.6	-
22	β -Phellandrene	1030	1030	t	-
23	1,8-Cineole	1032	1032	0.1	28.4
24	(Z)- β -Ocimene	1038	1038	t	-
25	(E)- β -Ocimene	1049	1044	-	t
26	γ -Terpinene	1060	1060	8.1	1.1
27	cis-Sabinene hydrate	1067	1065	0.1	0.6
28	cis-Linalooloxide	1075	1075	t	-
29	1-Nonen-3-ol	1085	1085	0.1	-
30	Terpinolene	1087	1086	0.2	0.1
31	p-Cymenene	1089	1088	0.2	-
32	trans-Sabinene hydrate	1097	1098	-	t
33	Linalool	1099	1098	2.1	0.3
34	Nonanal	1104	1103	-	t
35	cis-Thujone	1105	1105	-	t
36	cis-p-Menth-2-en-1-ol	1122	1123	-	t
37	trans-p-Menth-2-en-1-ol	1134	1137	-	t
38	cis-Sabinol	1143	1143	-	0.3
39	Menthone	1150	1148	-	9.7
40	Isomenthone	1164	1164	-	9.6
41	δ -Terpineol	1165	1165	-	1.6
42	Borneol	1166	1166	0.3	-
43	trans-Isopulegone	1176	1176	-	0.5
44	Terpinen-4-ol	1177	1177	0.6	0.4
45	Menthol	1178	1177	-	0.2
46	α -Terpineol	1189	1186	0.1	2.1
47	Dihydrocarvone	1196	1199	0.1	-
48	Citronellol	1228	1228	-	t
49	Thymol methylether	1235	1232	t	-
50	Pulegone	1236	1233	-	10.2
51	Carvacrol methylether	1240	1241	0.7	-
52	Piperitone	1253	1249	-	2.5
53	Thymol	1291	1289	13.3	1.8
54	Carvacrol	1299	1298	52.1	2.1
55	Bicycloelemene	1335	1333	-	t
56	Piperitenone	1342	1340	-	0.4
57	α -Cubebene	1351	1351	-	t
58	Eugenol	1357	1356	-	0.1
59	Piperitenone oxide	1366	1366	-	0.5
60	α -Copaene	1376	1374	-	0.1
61	β -Bourbonene	1384	1384	-	0.1
62	β -Cubebene	1389	1386	-	t
63	β -Elemene	1391	1391	-	t
64	cis-Jasmone	1394	1395	-	0.1
65	α -Gurjunene	1409	1407	0.3	t
66	β -Caryophyllene	1419	1417	0.2	1.2
67	β -Gurjunene	1432	1431	t	t
68	Aromadendrene	1440	1439	0.3	t
69	Geranylacetone	1453	1552	-	0.1
70	(E)- β -Farnesene	1456	1456	-	0.4
71	α -Patchoulene	1458	1457	-	0.1
72	Alloaromadendrene	1461	1458	0.1	0.2

(Continued)

Table 2. (Continued).

N°	Constituents	RI ^a	LRI ^b	<i>Thymus fontanesii</i>	<i>Satureja calamintha</i> subsp. <i>nepeta</i>
73	γ-Gurjunene	1472	1472	0.1	t
74	Germacrene D	1480	1480	t	3.0
75	Ledene	1486	1486	0.2	-
76	Valencene	1492	1492	-	t
77	Bicyclogermacrene	1495	1495	-	4.7
78	α-Murolene	1499	1500	t	-
79	γ-Cadinene	1513	1513	0.1	t
80	δ-Cadinene	1524	1522	0.1	0.1
81	Spathulenol	1576	1577	0.4	1.5
82	Caryophylleneoxide	1581	1582	0.1	0.3
83	Viridiflorol	1590	1592	-	t
84	Ledol	1595	1602	-	t
85	Isospathulenol	1634	1634	-	0.2
86	α-Cadinol	1653	1653	-	0.1
87	Hexahydrofarnesylacetone	1844	1845	-	t
88	Farnesylacetone	1919	1919	-	0.1

^aRetention indices relative to *n*-alkanes C₆–C₂₀ on non-polar column HP 5MS.

^bLiterature retention indices (24–26); t: traces (concentration <0.05%).

of reduction was noted in *A. fatua* when treated with savory oil. The chlorophyll content diminished dramatically in response to the higher concentration of the oils. Hence, chlorophyll content was reduced by more than 72% in all weed plants treated with 3% of thyme oil (Figure 4(a)). Otherwise, at the same concentration of savory oil, chlorophyll was reduced by more than 89% in *A. fatua* and more than 36% in *S. arvensis*, *X. strumarim* and *C. rotundus*, while a weak effect on *S. oleraceus* was observed where the chlorophyll content was reduced by only 24.52% (Figure 4(b)).

3.6. Effect on membrane leakage

Visible damage (wilting and desiccation) observed on the weed plants after treatment with the EOs was assumed to be apparent due to electrolyte leakage and thus membrane integrity. The relative electrolyte leakage increased with increased EOs concentrations. Thyme EO at the concentrations 1 and 2% induced an ion leakage in all the weeds tissues except in *X. strumarium*. An extreme ion leakage was caused by the greatest concentration of thyme EO (3%) in all the weedy species (Figure 5(a)). Statistically, no significant effect was observed at the

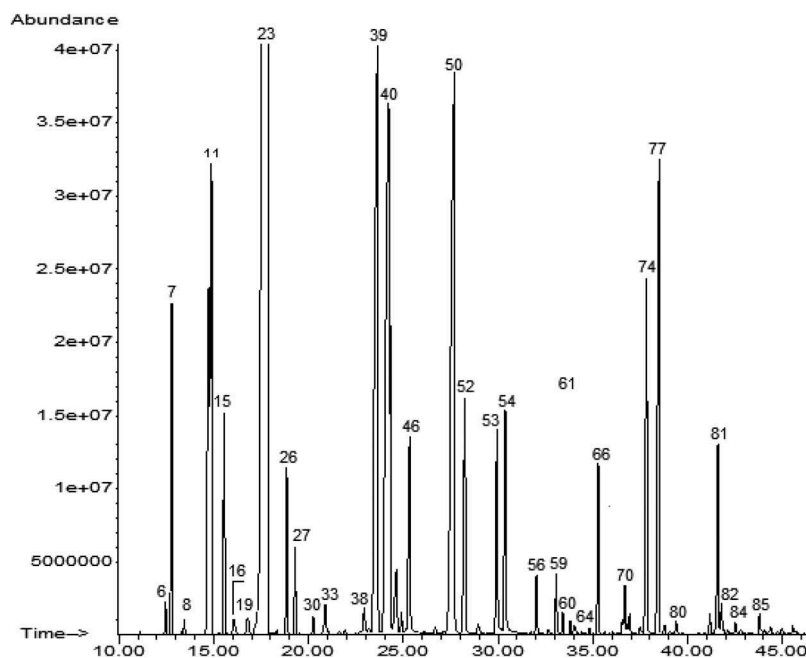


Figure 2. (GC/MS) chromatogram of essential oil of *S. calamintha*.

Note: Numbers above peaks correspond to ordinal numbers in Table 2.

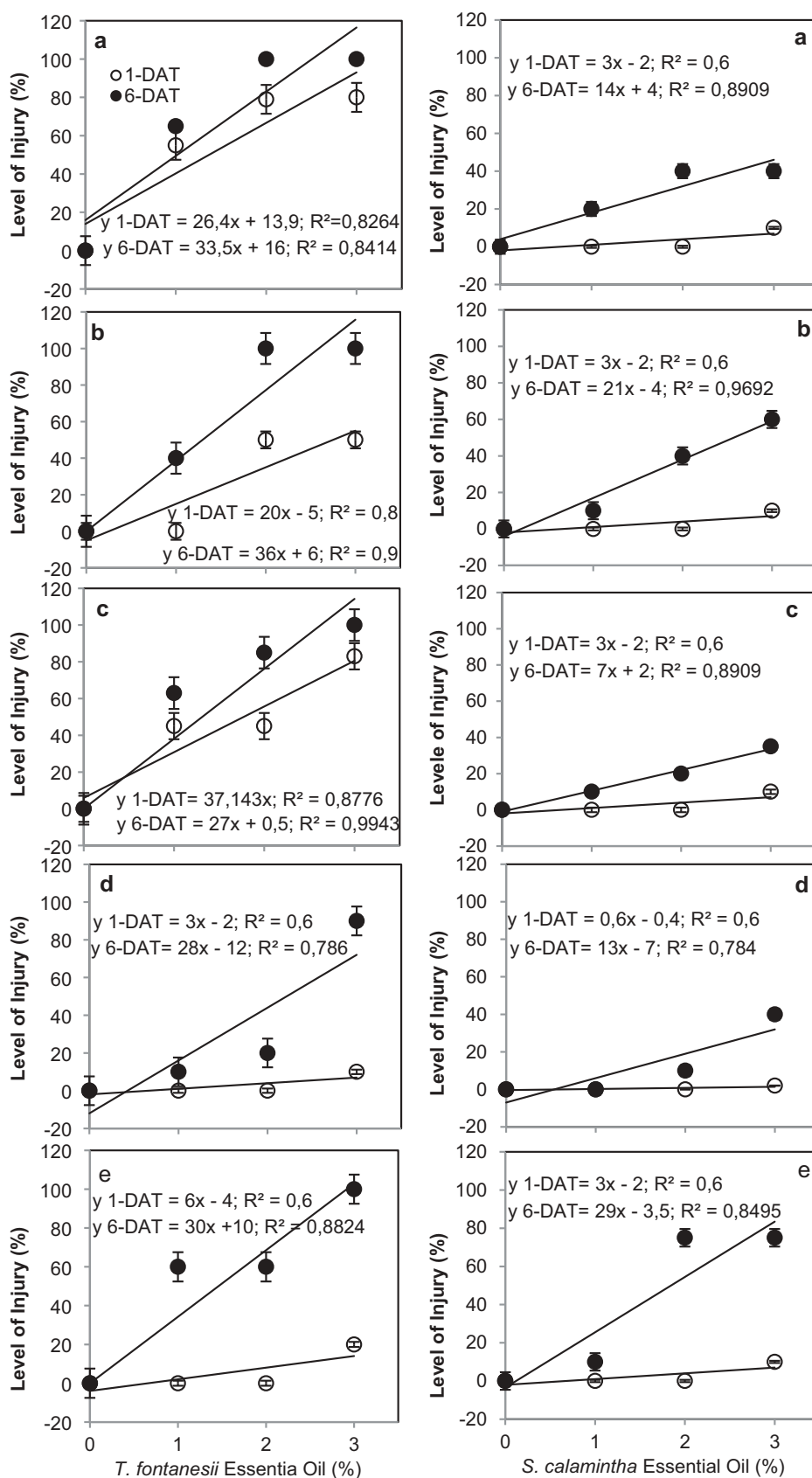


Figure 3. Effect of *T. fontanesii* and *S. calamintha* essential oils on the injury level (%) of the test weeds (a: *S. arvensis*, b: *A. fatua*, c: *S. oleraceus*, d: *X. strumarium* and e: *C. rotundus*) observed 1 and 6 days after treatment (DAT). Data analyzed by linear regression models and R² represent the correlation coefficient. The error bars correspond to standard errors.

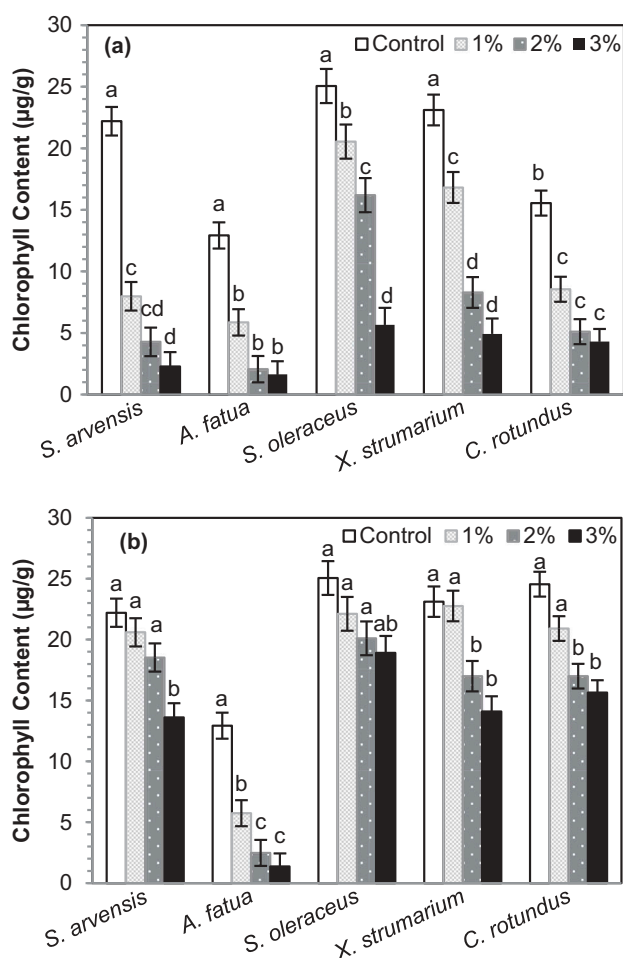


Figure 4. Effect of *T. fontanesii* (A) and *S. calamintha* (B) essential oils on the chlorophyll content ($\mu\text{g/g}$ dry weight) of the test weeds. Means with the same letter are not significantly different according to Tukey's tests at a level of significance ($p \leq 0.05$). The error bars correspond to standard errors.

lowest concentration (1%) of savory except in *A. fatua*. However, the measurements of the electrical conductivity of plant tissues revealed a highly significant effect on *S. arvensis* at the concentration 2 and 3% of savory oil. The membrane damage in *S. oleraceus* and *C. rotundus* was noted only at the highest concentration. Conversely, no effect was obtained in *X. strumarium* (Figure 5(b)).

4. Discussion

GC-FID and GC-MS analysis showed high amounts of oxygenated monoterpenes in the two EOs, with carvacrol being predominant in *T. fontanesii* EO. This is in agreement with previous studies reporting high contents of carvacrol in EO extracted from *T. fontanesii* from different regions in Algeria (26,31,32). In our study, 1,8-cineole was the major compound in *S. calamintha* EO, which is in contrast to findings of Labiod et al. (33) and Kerbouche et al. (34), which

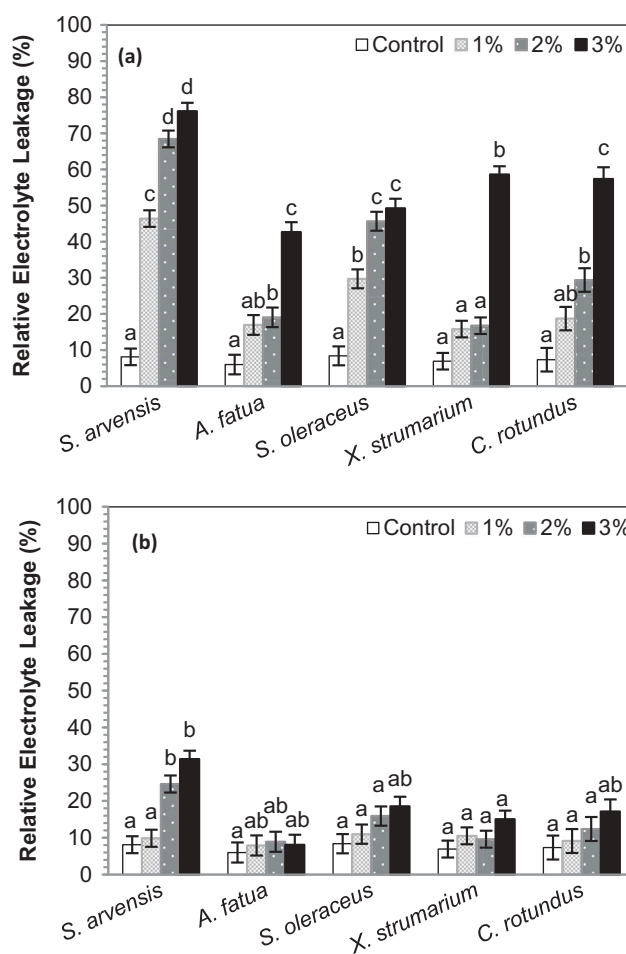


Figure 5. Effect of *T. fontanesii* (A) and *S. calamintha* (B) essential oils on the relative electrolyte leakage (%) of the test weeds. Means with the same letter are not significantly different according to Tukey's test at a level of significance ($p \leq 0.05$). The error bars correspond to standard errors.

revealed that menthone (26.46%) (from *S. calamintha* growing in North-Eastern Algeria) and pulegone (39.5%) (from *S. calamintha* growing in Blida region) were the most abundant compounds, respectively. The difference in the composition of the EOs could be due to several environmental factors (climatic, seasonal, or geographic) or genetic differences (35).

Several studies showed that many plant EOs rich in monoterpenes caused inhibition of weed seed germination (2,36). Allelopathic plants to common weeds are attracting much attention as an alternative process of weed management (37). In the current study, seed germination and seedling's shoot and root lengths were adversely affected at all concentrations of the two EOs. Grosso et al. (38) found that *Thymus vulgaris* and *Satureja montana* EOs showed a negative effect on seed germination and root and shoot growth of *Portulaca oleracea* and *Vicia sativa*. Thyme and savory EOs were analyzed primarily to know about their

Table 3. Inhibitory effect of *T. fontanesii* and *S. calamintha* essential oils on seed germination and seedling's shoot and root lengths of the test weeds.

Weeds	<i>S. arvensis</i>		<i>A. fatua</i>		<i>S. oleraceus</i>		<i>X. strumarium</i>		<i>C. rotundus</i>	
	T	S	T	S	T	S	T	S	T	S
Seed germination inhibition %										
Control	4.3 ± 1.5 a	4.3 ± 1.5 a	0.5 ± 1.8 a	0.5 ± 1.8 a	2.6 ± 2.2 a	2.6 ± 2.2 a	10 ± 6.9 a	10 ± 6.9 a	0.5 ± 3.8 a	0.5 ± 3.8 a
0.01%	97 ± 1.5 d	17.1 ± 1.5 b	65.5 ± 1.8 bc	58.5 ± 1.8 b	80 ± 2.2 b	78.6 ± 2.2 b	43 ± 6.9 b	65 ± 6.9 c	61.6 ± 3.8 b	63.5 ± 3.8 b
0.02%	98.5 ± 1.5 d	45.8 ± 1.5 c	85.5 ± 1.7 d	68.3 ± 1.8 c	96.8 ± 2.2 c	84.8 ± 2.2 b	64.6 ± 6.9 c	76.6 ± 6.9 c	91.3 ± 3.8 bc	76.1 ± 3.8 bc
0.03%	100 ± 1.5 d	50 ± 1.5 c	100 ± 2.4 e	90.1 ± 1.8 d	100 ± 2.2 c	93.8 ± 2.2 c	84.5 ± 6.9 c	81.6 ± 6.9 c	100 ± 3.8 c	93.1 ± 3.8 cd
Shoot length (cm)										
Control	2.3 ± 0.1 a	2.3 ± 0.1 a	6.8 ± 0.3 a	6.8 ± 0.3 a	1.7 ± 0.1 a	1.7 ± 0.1 a	7.3 ± 0.4 a	7.3 ± 0.4 a	5.9 ± 0.2 a	5.9 ± 0.2 a
0.01%	0.0 ± 0.1 d	1.6 ± 0.1 b	0.7 ± 0.3 b	0.6 ± 0.3 b	0.007 ± 0.1 b	0.05 ± 0.1 b	1.1 ± 0.4 b	1.1 ± 0.4 b	0.08 ± 0.2 b	1 ± 0.2 b
0.02%	0.0 ± 0.1 d	0.6 ± 0.1 c	0.3 ± 0.3 b	0.1 ± 0.3 b	0.005 ± 0.1 b	0.03 ± 0.1 b	0.5 ± 0.4 b	1 ± 0.4 b	0.01 ± 0.2 b	0.4 ± 0.2 b
0.03%	0.0 ± 0.1 d	0.4 ± 0.1 c	0.0 ± 0.3 b	0.1 ± 0.3 b	0.0 ± 0.1 b	0.01 ± 0.1 b	0.3 ± 0.46 b	0.5 ± 0.4 b	0.0 ± 0.2 b	0.4 ± 0.2 b
Root length (cm)										
Control	2.4 ± 0.1 a	2.4 ± 0.1 a	8.9 ± 0.5 a	8.9 ± 0.5 a	4.5 ± 0.3 a	4.5 ± 0.3 a	7.3 ± 0.5 a	7.3 ± 0.5 a	8.9 ± 0.2 a	8.9 ± 0.2 a
0.01%	0.03 ± 0.1 d	1.7 ± 0.1 b	1.0 ± 0.5 b	0.7 ± 0.5 b	0.01 ± 0.3 b	0.1 ± 0.3 b	0.9 ± 0.5 b	0.8 ± 0.5 b	0.1 ± 0.2 b	0.8 ± 0.2 b
0.02%	0.008 ± 0.1 d	0.8 ± 0.1 c	0.5 ± 0.4 b	0.1 ± 0.5 b	0.007 ± 0.3 b	0.05 ± 0.3 b	0.3 ± 0.5 b	0.7 ± 0.5 b	0.02 ± 0.2 b	0.1 ± 0.2 b
0.03%	0 ± 0.1 d	0.5 ± 0.1 c	0 ± 0.5 b	0 ± 0.5 b	0 ± 0.3 b	0.05 ± 0.3 b	0.6 ± 0.5 b	0.05 ± 0.5 b	0 ± 0.2 b	0.3 ± 0.2 b

EO: Essential Oil; T: *Thymus fontanesii*; S: *Satureja calamintha* subsp. *nepeta*. Means in the same column followed by the same letter are not significantly different according to Tukey's multiple comparison tests at a level of significance ≤0.05.

constitutions and major compounds. The results of the present research showed that oxygenated monoterpenes were the dominant class which is congruent with the results of Azirak and Karaman (39) who found also that carvacrol, thymol, and carvone showed high germination inhibition, even at low concentrations, of seeds of *Sinapi sarvensis*, *Sonchus oleraceus*, *Amaranthus retroflexus*, *Centaurea salsotitialis*, *Raphanus raphanistrum* and *Rumex nepalensis*. *Thymus vulgaris* EO had a high inhibitory effect on the germination of *Xanthium strumarium* and *Avena sterilis* (2). According to Amri et al. (36), herbicidal activity of EOs has been linked to the presence of monoterpenes and sesquiterpenes where, 1,8-cineole, carvacrol, α-pinene, limonene, camphor and thymol showed the highest herbicidal activity. Additionally, *Thymus capitatus* EO at lowest and highest concentrations, completely suppressed germination of *Convolvulus arvensis* and *Setaria viridis* seeds (40). Furthermore, Romagni et al. (41) found that 1,8-cineole causes a decrease in root growth and germination rates of *Echinochloa crusgalli* and *Cassia obtusifolia*. According to Tworkoski (14), EOs from *Thymus vulgaris* and *Satureja hortensis* had a high phytotoxic effect on *Chenopodium album*, *Ambrosia artemisiifolia* and *Sorghum halepense*. *A. fatua* germination percentage was reduced significantly when treated with *Thymus daenensis* EO at the lowest concentration tested 200 μL L⁻¹ where thymol and carvacrol were the two major oil components (42). *Eucalyptus erythrocorys* EO with its major compound 1,8-cineole (54.8%) precluded germination of *S. arvensis* and *Phalaris canariensis* at oil concentration of 1.5 μL mL⁻¹ (43).

A post-emergence bioassay showed that 1,8-cineole suppressed shoot and root elongation at and above 0.1 mol L⁻¹ of *Lolium rigidum* (44). In accordance with our findings, it has been documented that EOs of Lamiaceae family inhibit seed germination and seedling's growth of a large spectrum of weeds (45–47).

Phytotoxic symptoms (wilting, leaf chlorosis, necrotic spots and desiccation) on 3–4 leaf stage plants revealed that thyme and savory oils like other herbicides are able to cause severe injuries on weeds.

The visible injury caused by the application of thyme and savory EOs on the tested weeds resemble to earlier studies reporting that volatile oils and their monoterpene compounds exhibit herbicidal potential on weeds (5,30,46). *Thymus vulgaris*, *Satureja hortensis*, *Syzygium aromaticum* and *Cinnamomum zeylanicum* EOs caused serious visible lesions leading to plant death after one day of application in *Chenopodium album*, *Ambrosia artemisiifolia* and *Sorghum halepense* (14). Treatment of *Lolium multiflorum* and *Echinochloa crusgalli* with *Satureja montana* EO showed a high

phytotoxic injury on seedlings even at very small concentrations, where carvacrol and thymol were the main compounds (48).

Decrease in chlorophyll contents in our study are in accordance with previous reports showing that EOs are responsible for diminution in chlorophyll content, and accordingly interfere with the photosynthetic apparatus of plants (5,30,49). Our results indicated that *T. fontanesii* EO reduced chlorophyll content in all the tested weed species, while *S. calamintha* EO caused severe decrease in chlorophyll content in *S. oleraceus* and *A. fatua* leaves. According to Hazrati et al. (50), EO of *Satureja hortensis* on 2–4 true leaf stage of *Amaranthus retroflexus* and *Chenopodium album* reduces chlorophyll content and causes severe injuries on the plants. Furthermore, according to the major compounds of the two oils, carvacrol and 1,8-cineole have been identified among the EOs compounds responsible for reduction of chlorophyll content in many weed species (41,49,50).

Furthermore, modified membrane permeability affects all other physiological and biochemical processes related to membrane functioning (30). Our results are in agreement with those of Tworkoski (14), who found that EOs of *Thymus vulgaris*, *Satureja hortensis*, *Syzgium aromaticum* and *Cinnamomum zeylanicum* at the concentrations of 1 and 2% increased membrane permeability in leaf disks of dandelion. However, in the current study, *A. fatua* and *X. strumarium* were not sensitive to savory oil which appears to be in part different from previous reports, which indicated that high presence of monoterpenes in EOs inhibited plant growth because of electrolyte leakage (5,14,30). This effect may be due to the fact that the two weeds cell membranes were not sensitive to *S. calamintha* EO unlike the other weeds. The significant increase of the weed tissues bathing medium conductivity is in parallel with the results of Hazrati et al. (50), who found that *Satureja hortensis* EO caused significant cell membrane disruption and increased cell membrane permeability in *Amaranthus retroflexus* and *Chenopodium album*, where carvacrol (55.6%) and γ -terpinene (31.9%) were the major components. Furthermore *S. arvensis*, *S. oleraceus*, *X. strumarium* and *A. fatua* leaves showed a high perturbation in membrane integrity towards *Eucalyptus citriodora* EO characterized by a high amount of oxygenated monoterpenes at concentration ranging from 1 to 3% (51).

5. Conclusion

From results of the present study, it can be concluded that EOs from *T. fontanesii* and *S. calamintha* might have the potential for pre-emergence and post-

emergence weed control. The ability of the two EOs to inhibit weed seed germination and seedling's growth, and to affect the weed cells functioning, such as photosynthesis machinery and membrane permeability, make them potential candidates as natural herbicides.

Disclosure statement

No potential conflict of interest was reported by the authors.

Funding

This research was supported by Ecole Nationale Supérieure Agronomique, El-Harrach, Algiers, Algeria.

ORCID

Sara Benchaa  <http://orcid.org/0000-0001-7562-3649>

References

1. V.S. Rao, Principles of Weed Science, 2nd edn. Sci. Publ., NY (2000).
2. I. Uremis, M. Arslan and M.K. Sangun, *Herbicidal activity of essential oils on the germination of some problem weeds*. Asian Journal of Chemistry, **21**, 3199–3210 (2009).
3. A.S. Jurado, M.A.S. Fernandes, R.A. Videira, F. P. Peixoto and J.A.F. Vicente, *Herbicides: the face and the reverse of the coin. An in vitro approach to the toxicity of herbicides in non-target organisms*. In: *Herbicides and Environment*, Edit., A. Kortekamp, pp. 3–44, InTech, Rijeka (2011).
4. H.J. Beckie and F.J. Tardif, *Herbicide cross resistance in weeds*. Crop Protection, **35**, 15–28 (2012).
5. D.R. Batish, H.P. Singh, N. Setia, R.K. Kohli, S. Kaur and S.S. Yadav, *Alternative control of littleseed canary grass using eucalypt oil*. Agronomy for Sustainable Development, **27**, 171–177 (2007).
6. F.E. Dayan, C.L. Cantrell and S.O. Duke, *Natural products in crop protection*. Bioorganic & Medicinal Chemistry, **17**, 4022–4034 (2009).
7. K.H.C. Başer and G. Buchbauer, *Essential Oils Science, Technology, and Applications*, 2nd edn. CRC Press, NY (2010).
8. O. Koul, S. Walia and G.S. Dhaliwal, *Essential oils as green pesticides: potential and constraints*. Biopesticides International, **4**, 63–84 (2008).
9. V.K. Bajpai, S. Kang, H. Xu, S.G. Lee, K.H. Baek and S. C. Kang, *Potential roles of essential oils on controlling plant pathogenic bacteria xanthomonas species: a review*. The Plant Pathology Journal, **27**, 207–224 (2011).
10. E. Sturchio, L. Donnarumma, T. Annesi, F. Milano, L. Casorri, E. Masciarelli, M. Zanellato, C. Meconi and P. Boccia, *Essential oils: an alternative approach to management of powdery mildew diseases*. Phytopathologia Mediterranea, **53**, 385–395 (2014).

11. R.R. Raja, *Medicinally potential plants of labiatae (Lamiaceae) family: an overview*. Research Journal of Medicinal Plants, **6**, 203–213 (2012).
12. M. Houry, D. Stien, V. Eparvier, N. Ouaini and M. El Beyrouthy, *Report on the medicinal use of eleven Lamiaceae species in lebanon and rationalization of their antimicrobial potential by examination of the chemical composition and antimicrobial activity of their essential oils*. Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine (2016). doi: [10.1155/2016/2547169](https://doi.org/10.1155/2016/2547169).
13. N.Z. Mamadalieva, D.K. Akramov and E. Ovidi, *Aromatic medicinal plants of the Lamiaceae family from Uzbekistan: ethnopharmacology, essential oils composition and biological activities*. Medicines, **4**, 1–12 (2017).
14. T. Tworzoski, *Herbicide effects of essential oils*. Weed Science, **50**, 425–431 (2002).
15. M.J. Saharkhiz, F. Ashiri, M.R. Salehi, J. Ghaemghami and S.H. Mohammadi, *Allelopathic potential of essential oil from carum copticum L., Cuminum cyminum L., Rosmarinus officinalis L. and Zataria multiflora Boiss*. Medicinal and Aromatic Plant Science and Biotechnology, **3**, 32–35 (2009).
16. S. Mutlu, O. Atici, N. Esim and E. Mete, *Essential oils of catmint (Nepeta meyeri Benth.) induce oxidative stress in early seedlings of various weed species*. Acta Physiologiae Plantarum, **33**, 943–951 (2011).
17. S. Dmitrović, M. Perišić, A. Stojić, S. Živković, J. Boljević, J.N. Živković, N. Aničić, M. Ristić and D. Mišić, *Essential oils of two Nepeta species inhibit growth and induce oxidative stress in ragweed (Ambrosia artemisiifolia L.) shoots in vitro*. Acta Physiologiae Plantarum (2015). doi: [10.1007/s11738-015-1810-2](https://doi.org/10.1007/s11738-015-1810-2).
18. E. Stahl-Biskup and F. Saez, *Thyme: The Genus Thymus*. CRC Press, NY (2002).
19. J.A. Pedersen, *Distribution and taxonomic implications of some phenolics in the family Lamiaceae determined by ESR spectroscopy*. Biochemical Systematics and Ecology, **28**, 229–253 (2000).
20. A. Rustaiyan, A. Feizbakhsh, S. Masoudi and N. Ameri, *Comparison of the ASatureja atropatana Bung. and Satureja mutica Fisch. et C.A. Mey. from iran*. Journal of Essential Oil Research, **16**, 594–596 (2004).
21. Z. Jamzad, *A new species of Satureja (Lamiaceae) from iran*. The Iranian Journal of Botany, **16**, 213–217 (2010).
22. A. Taban and M.J. Saharkhiz, *Natural phytotoxic activity of water extracts and dried leaf powders of three Satureja species*. Biocatalysis and Agricultural Biotechnology, **4**, 594–602 (2015).
23. P. Quezel and S. Santa, *Nouvelle Flore de l'Algérie et des Régions Désertiques Méridionales*. Centre Nationale de la Recherche Scientifique, Paris (1963).
24. R.P. Adams, *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry*, 4th edn. Allured Publ.Corp., Carol Stream, IL (2007).
25. V.I. Babushok, P.J. Linstrom and I.G. Zenkevich, *Retention indices for frequently reported compounds of plant essential oils*. Journal of Physical and Chemical Reference Data, **40**, 1–47 (2011).
26. M. Hazzit, A. Baaliouamer, A.R. Verissimo, M. L. Faleiro and M.G. Miguel, *Chemical composition and biological activities of Algerian Thymus oils*. Food Chemistry, **116**, 714–721 (2009).
27. M.A. Tait and D.S. Hik, *Is dimethylsulfoxide a reliable solvent for extracting chlorophyll under field conditions?* Photosynthesis Research, **78**, 87–91 (2003).
28. A.R. Wellburn, *The spectral determination of chlorophylls a and b, as well as total carotenoids, using various solvents with spectrophotometers of different resolution*. Journal of Plant Physiology, **144**, 307–313 (1994).
29. D. Rani and R.K. Kohli, *Fresh matter is not an appropriate relation unit for chlorophyll content: experience from experiments on effects of herbicides and allelopathic substances*. Photosynthetica, **25**, 655–658 (1991).
30. S. Kaur, H.P. Singh, S. Mittal, D.R. Batish and R. K. Kohli, *Phytotoxic effects of volatile oil from Artemisia scoparia against weeds and its possible use as a bioherbicide*. Industrial Crops and Products, **3**, 54–61 (2010).
31. M. Hazzit and A. Baaliouamer, *Variation of essential oil yield and composition of Thymus pallescens de Noé from Algeria*. Journal of Essential Oil Research, **21**, 162–165 (2009).
32. O. Benchabane, M. Hazzit, F. Mouhouche and A. Baaliouamer, *Influence of extraction duration on the chemical composition and biological activities of essential oil of thymus pallescens de Noé*. Arabian Journal for Science and Engineering, **40**, 1855–1865 (2015).
33. R. Labiod, S. Aouadi and N. Bouhaddouda, *Chemical composition and antifungal activity of essential oil from satureja calamintha nepeta against phytopathogens fungi*. International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences, **7**, 208–211 (2015).
34. L. Kerbouche, M. Hazzit and A. Baaliouamer, *Essential Oil of Satureja calamintha subsp. nepeta (L.) Briq. from Algeria: analysis, antimicrobial and antioxidant activities*. Journal of Biologically Active Products from Nature, **3**, 266–272 (2013).
35. M.A. Ootani, M.R. Dos Reis, A.S.R. Cangussu, A. Capone, R.R. Fidelis, W. Oliveira, H.B. Barros, A. C.F. Portella, R.S. Aguiar and W.F. Dos Santos, *Phytotoxic effects of essential oils in controlling weed species Digitaria horizontalis and Cenchrus echinatus*. Biocatalysis and Agricultural Biotechnology, **12**, 59–65 (2017).
36. I. Amri, L. Hamrouni, M. Hanana and B. Jamoussi, *Reviews on phytotoxic effects of essential oils and their individual components: news approach for weeds management*. International Journal of Applied Biology and Pharmaceutical Technology, **4**, 96–114 (2013).
37. G.R. Leather, *Weed control using allelopathic crop plants*. Journal of Chemical Ecology, **9**, 983–989 (1983).
38. C. Grosso, J.A. Coelho, J.S. Urieta, A.M.F. Palavra and J.G. Barroso, *Herbicidal activity of volatiles from coriander, winter savory, cotton lavender, and thyme isolated by hydrodistillation and supercritical fluid*

- extraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **58**, 11007–11013 (2010).
39. S. Azirak and S. Karaman, *Allelopathic effect of some essential oils and components on germination of weed species*. *Acta Agriculturae Scandinavica, Section B – Soil & Plant Science*, **58**, 88–92 (2008).
 40. W.M.A. El Azim and M.A. Balah, *Nanoemulsions formation from essential oil of Thymus capitatus and Majorana hortensis and their use in weed control*. *Indian Journal of Weed Science*, **48**, 421–427 (2016).
 41. J.G. Romagni, S.N. Allen and F.E. Dayan, *Allelopathic effects of volatile cineoles on two weedy plant species*. *Journal of Chemical Ecology*, **26**, 303–313 (2000).
 42. A.B. Kashkooli and M.J. Saharkhiz, *Essential oil compositions and natural herbicide activity of four Denaei Thyme (Thymus daenensis Celak.) ecotypes*. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, **17**, 859–874 (2014).
 43. A. Ben Ghnaya, M. Hanana, I. Amri, B. Hazar, S. Gargouri, B. Jamoussi and L. Hamrouni, *Chemical composition of Eucalyptus erythrocorys essential oils and evaluation of their herbicidal and antifungal activities*. *Journal of Pest Science*, **86**, 571–577 (2013).
 44. A.F.M. Barton, B.R. Clarke, B. Dell and A.R. Knight, *Post-emergent herbicidal activity of cineole derivatives*. *Journal of Pest Science*, **87**, 531–541 (2014).
 45. A. Cavaliere and F. Caporali, *Effects of essential oils of cinnamon, lavender and peppermint on germination of Mediterranean weeds*. *Allelopathy Journal*, **25**, 441–452 (2010).
 46. S. Kordali, A. Tazegul and A. Cakir, *Phytotoxic Effects of Nepeta meyeri Benth. Extracts and essential oil on seed germinations and seedling growths of four weed species*. *Records of Natural Products*, **9**, 404–418 (2015).
 47. M. Rahimi, F. Bidarnamani and M. Shabanipoor, *Effects of Allelopathic three medicinal plants on germination and seedling growth of Portulaca oleracea*. *Biological Forum – An International Journal*, **7**, 1520–1523 (2015).
 48. M.D. Ibáñez and M.A. Blázquez, *Phytotoxicity of essential oils on selected weeds: potential hazard on food crops*. *Plants* (2018). doi: [10.3390/plants7040079](https://doi.org/10.3390/plants7040079).
 49. H.P. Singh, D.R. Batish and R.K. Kohli, *Allelopathic effects of two volatile monoterpenes against billy goat weed (Ageratum conyzoides L.)*. *Crop Protection*, **21** (2002), 347–350 (2002).
 50. H. Hazrati, M.J. Saharkhiz, M. Niakousari and M. Moein, *Natural herbicide activity of Satureja hortensis L. essential oil nanoemulsion on the seed germination and morphophysiological features of two important weed species*. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, **142**, 423–430 (2017).
 51. S. Benchaa, M. Hazzit and H. Abdelkrim, *Allelopathic effect of Eucalyptus citriodora essential oil and its potential use as bioherbicide*. *Chemistry & Biodiversity* (2018). doi: [10.1002/cbdv.201800202](https://doi.org/10.1002/cbdv.201800202).

Absence of genetic differentiation in performance traits of *Sinapis arvensis* populations from crop and non-crop habitats across Northern Algeria: Implications for management

Sara Benchaa^{1,2}  | Sarah Bouchemousse² | Hacène Abdelkrim¹ | Heinz Müller-Schärer²

¹Department of Botany, Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie (ENSA, ex. INA), El Harrach, Algeria

²Department of Biology, University of Fribourg, Fribourg, Switzerland

Correspondence

Sara Benchaa, École Nationale Supérieure d'Agronomie (ENSA, ex. INA), El-Harrach, Algeria.

Email: sarah.benchaa23@gmail.com

Funding information

Swiss Federal Commission for Scholarships for Foreign Students (Swiss Government Excellence Scholarship)

Subject Editor: Do-Soon Kim

Seoul National University, Seoul, South Korea

Abstract

Weeds can originate from adjacent habitats, dispersing naturally from non-crop habitats as well as brought in from other crop fields by machinery or as contaminants of crop seeds. This constant dispersal may homogenise populations and transmit resistance genes. In this study, we examined (a) the genetic variation in quantitative traits and (b) the level of resistance to two widely used herbicides, amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium and florasulam + 2,4-D, in eight population pairs of *Sinapis arvensis* from crop and adjacent non-crop habitats across eight regions in Northern Algeria. Our quantitative genetic approach on phenotypic and phenological data of plants grown under controlled conditions from seeds of these populations showed similar levels of within-population genetic variation and no genetic differentiation in quantitative traits between the two habitat types. This points to an important exchange of *S. arvensis* seeds and/or pollen between the two habitat types, but not among crop fields at the regional scale, as we found a strong regional effect for most of the plant traits for both habitat types that correlated with longitudinal temperature and precipitation gradients. We also found an absence of resistance against the two herbicides at a detection level of 10%. Florasulam + 2,4-D showed a higher level and speed of phytotoxicity compared to amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium. Given our findings, we propose measures for more efficient management of *S. arvensis*, including minimisation of seed dispersal during transport of straw balls, crop rotation to avoid the build-up of herbicide resistance, and management of populations in the close vicinity of crop fields.

KEYWORDS

acetolactate synthase inhibitor herbicides, Brassicaceae, herbicide resistance, plant performance, quantitative traits, weed management, wild mustard

1 | INTRODUCTION

Weeds not only impact food security, but also biodiversity and ecosystem services (Neve et al., 2018). They are considered among the greatest threats to agriculture, causing huge crop losses each year worldwide (Vigueira et al., 2013). Some native weed species may build

up large populations, especially when provided with available habitats by anthropogenic disturbance in arable fields or ruderal sites (Neve et al., 2018). Adaptation of weed species to such habitats may occur through genetic differentiation or phenotypic plasticity (Leiss and Müller-Schärer, 2001). Knowledge of the genetic variability of weed populations from molecular markers or from quantitative genetic traits

can provide useful information for management decisions. In particular, the level of genetic differentiation between weeds found in arable fields compared with conspecifics in adjacent semi-natural and natural habitats provides clues to the pathways of weed dispersal.

In crop fields, weeds have become adapted to disturbance, such as through increased plasticity and modified emergence patterns (Bommarco et al., 2010). Therefore, besides genetic drift, phenotypic traits of crop weeds are under selection by anthropogenic disturbance, biotic and abiotic conditions (Steinger et al., 2002), herbicides and climatic gradients (Neve et al., 2018), eventually leading to local adaptation. The resulting 'agricultural weed syndrome' includes rapid growth, high nutrient use efficiency, seed dormancy, efficient seed dispersal, crop mimicry and herbicide resistance (Vigueira et al., 2013).

Population differentiation caused by divergent selection on phenotypic traits can be analysed by a quantitative genetic approach (Steinger et al., 2002) that allows genetic effects to be disentangled from environmental effects on the phenotypes (Durka et al., 2017). There is evidence for genetic divergence within weed species occupying different types of habitats in the same landscape (Bommarco et al., 2010), since evolutionary variation among populations can occur over short distances and within the same region (Durka et al., 2017). This finding indicates that divergent directional selection plays an important role in the phenotypic differentiation of populations for these traits. For example, when grown under controlled environmental conditions, *Senecio vulgaris* L. from agricultural habitats had larger leaves, a greater number of capitula and greater reproductive biomass compared with plants from ruderal habitats, for pairs of populations separated by 3–86 km (Leiss and Müller-Shärer, 2001).

Herbicides represent a strong source of selection on weed populations. Chemical weed control began over a century ago and since 2000, acetolactate synthase (ALS) inhibitors provide satisfactory solutions for farmers. They act by inhibiting branched-chain amino acid synthesis, especially valine and isoleucine, and thus stopping cell division (Kraehmer et al., 2014). Amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium are two sulfonyleureas that inhibit ALS, with a predominant foliar activity and a mode of transport in both the descending and ascending systems. However, many cases of resistance to ALS-inhibitor herbicides have been reported (Hatami et al., 2016), mainly through mutations of the ALS target site. Mixtures of ALS-inhibiting herbicides with auxin-type herbicides, such as florasulam + 2,4-D, are currently used to counteract the development of resistance (Ntoanidou et al., 2017). Florasulam acts by inhibition of ALS, blocking the synthesis of amino acids responsible for cell division in meristems, whereas the auxin-type herbicide 2,4-D acts by abnormally increasing cell wall plasticity, protein biosynthesis and ethylene production in plant tissues. Often, herbicide resistance comes with fitness costs that arise from the allocation of limiting resources away from present and future growth and reproduction or are directly caused by the mutation of the target site of the herbicide (Bingham et al., 2017). For instance, fitness costs are observed in pollen production and overall plant development of *Brassica rapa* atrazine-resistant versus atrazine-susceptible populations (Bingham

et al., 2017), and resistant biotypes of *S. arvensis* to some auxinic herbicides showed significant reduction in plant height, leaf area and root length compared to susceptible biotypes (Hall and Romano, 1995).

In the present study, we assessed population differentiation on quantitative traits and herbicide resistance in the weedy annual plant *Sinapis arvensis* (wild mustard; Brassicaceae) in Algeria. *Sinapis arvensis* is an herbaceous cruciferous plant native to the Mediterranean Basin that now occurs throughout most temperate regions worldwide (Warwick et al., 2000). As a weed, *S. arvensis* has strong environmental adaptability to various biotic and abiotic stresses, occurring in crops and other disturbed habitats, such as roadsides, meadows and ruderal sites (Berrows and Tyrl, 2013). In Algeria, *S. arvensis* is the most prominent competitive weed in cereal crops and their margins. The weed is reported to reduce grain yield and final biomass of wheat by 44% and 51% respectively (Dezfooli, 2000). Amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium and florasulam + 2,4-D are the most widely used herbicides for weed management in cereal crops in Algeria, since 2014 and 2011, respectively, and can be used without particular governmental recommendations. Thus, repeated applications per year and continued use of the same herbicides in a given field in subsequent years are widespread (Institut Technique des Grandes Cultures, Algeria, personal communication; Table S1), so that resistance of *S. arvensis* to these two ALS inhibitors might be expected. In a greenhouse study, we assessed (a) population differentiation in phenology and phenotypic traits by adopting a quantitative genetic approach and (b) herbicide resistance to amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium and florasulam + 2,4-D from sampling paired populations collected in crop and adjacent non-crop habitats in eight regions across Northern Algeria.

2 | MATERIALS AND METHODS

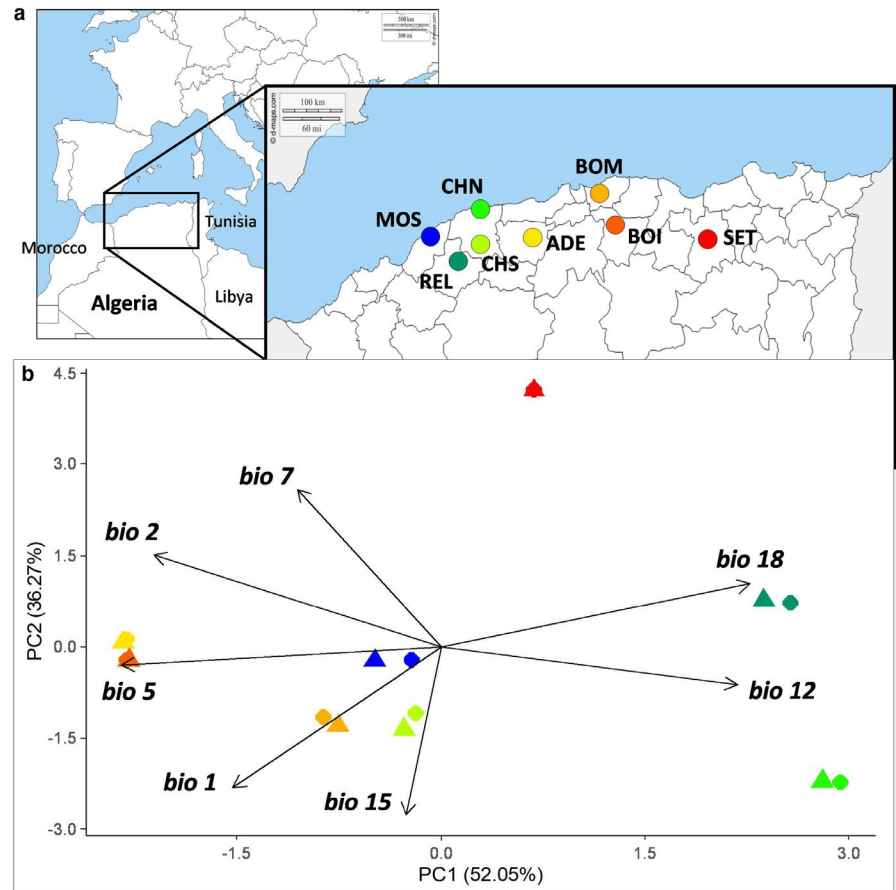
2.1 | Seed collection

Seeds of *S. arvensis* were collected in eight regions along a longitudinal gradient in Northern Algeria in June 2018 (Figure 1; Table S1). In each region, two populations were selected: a crop (wheat) field and an adjacent non-crop field, separated from each other by 1 to 2 km. The climatic characteristics of the 16 populations are summarised in Table S1 and illustrated in a principal component analysis (PCA) in Figure 1 (cf. Note S1 for details). In each of the 16 populations, 60 seeds of each 10 plants were collected along a W-shaped transect with a distance of ≥ 5 m between plants. In total, 9,600 seeds from 160 plants were sampled.

2.2 | Seed size and germination test

We recorded the size (projected surface area) of 10 seeds per mother plant and then germinated these with 20 other seeds (in total 30 seeds per mother plant) in small Petri dishes of 4.5 cm in diameter to assess

FIGURE 1 (a) Geographical locations of the eight regions across Northern Algeria from which seeds of *Sinapis arvensis* were collected. (b) PCA characterising the climatic conditions of the eight regions (colours as in (a)), each with one crop habitat (circles) and one non-crop habitat (triangles). Characteristics of the populations are provided in Table S1. The procedure used to produce the PCA is described in Note S1. Seven bioclimatic variables were used (*bio1* = annual mean temperature, *bio2* = mean diurnal range, *bio5* = maximum temperature of the warmest month, *bio7* = annual temperature range, *bio12* = annual precipitation, *bio15* = precipitation seasonality, *bio18* = precipitation of the warmest quarter)



the germination rate. To break dormancy, seeds were placed on filter paper soaked with gibberellic acid 3 at a concentration of 250 mg/L (Luzuriaga et al., 2006). Seeds were then placed in a growth chamber (temperature $25 \pm 2^\circ\text{C}$; relative humidity 57%; photoperiod 12:12 hr; light intensity 6 klx) for at least 6 days. After germination, nine seedlings from each mother plant were planted in seedling trays for 1 week, then transplanted into 1 L pots filled with a mixture of soil (including vermiculite) and sand (2:1). Plants were kept in the greenhouse of the University of Fribourg under controlled conditions [temperature $27 \pm 2^\circ\text{C}$; relative humidity $72 \pm 2\%$; photoperiod 16:8 hr achieved with natural and artificial lights (400 W, Osram Powerstar, Slovakia); light intensity 16 klx]. From the nine seedlings transplanted per mother plant, three were used for the phenotyping study to assess quantitative genetic differentiation within and among populations by adopting a quantitative genetic approach. These three seedlings also served as control for the herbicide resistance experiment. The remaining six seedlings were used for the herbicide resistance experiment, with three seedlings per herbicide treatment. Both studies started when the seedlings reached the 4–6 leaf stage.

2.3 | Phenotyping study

Three seedlings per mother plant were randomly positioned on benches of the greenhouse of the University of Fribourg under controlled conditions [temperature $27 \pm 2^\circ\text{C}$; relative humidity

$72 \pm 2\%$; photoperiod 16:8 hr achieved with natural and artificial lights (400 W, Osram Powerstar, Slovakia); light intensity 16 klx]. We recorded the number of leaves 5 days after transplanting into 1 L pots and the relative growth rate (RGR), calculated as, with W_2 and W_1 corresponding to plant height on day 20 (t_2) and day 10 (t_1) after transplanting (Hoffmann and Poorter, 2002). In addition, the phenological stage was recorded on day 10 after transplanting as 1: vegetative, 2: flower buds, 3: flowering, 4: fruit formation. At the end of flowering (i.e. 80 days after transplanting), we recorded the final height and dry weight of each plant after drying at 70°C for 48 hr.

2.4 | Herbicide resistance experiment

We used the two anti-dicotyledonous post-emergence herbicides described in the introduction: florasulam + 2,4-D (Mustang[®]360 SE, florasulam 6.25 g a.i. L^{-1} , 2,4-D 300 g a.i. L^{-1} , SE, PROFERT ALGERIA) and amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium (Sekator[®] OD, amidosulfuron 25 g a.i. L^{-1} , iodosulfuron-methyl-sodium 100 g a.i. L^{-1} , safener 250 g a.i. L^{-1} , OD, CROP SCIENCE BAYER ALGERIA). To assess the resistance of plants collected from the 16 crop and non-crop populations, we allocated three seedlings per mother plant to each of the two herbicides and to the control treatment, resulting in 480 plants for each of the three treatments.

The herbicide resistance experiment was carried out in the greenhouse of the University of Fribourg under controlled

conditions, identical to the phenotyping study. The manufacturers' recommended doses are 0.6 and 0.15 L/ha for florasulam + 2,4-D and amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium respectively. To ensure phytotoxicity on susceptible plants and since resistant biotypes are reported to also tolerate higher concentrations with no effect on biomass (Christoffers et al., 2006), we sprayed double the recommended dosage on the seedlings at the 4–6 leaf stage. The control treatment was sprayed with a similar volume of water. After spraying, plants were watered 2–3 times per week. The level of phytotoxicity was assessed 2, 4 and 6 weeks after spraying, using a modified European Weed Research Society (EWRS) scale for visual rating of phytotoxicity (Table S2) with eight classes ranging from 1 for healthy plants to 8 for dead plants. The presence of regrowth from treated plants was also recorded throughout the experiment. At the end of the experiment, that is 6 weeks after spraying, the dry weight of all herbicide-treated plants was measured after drying at 70°C for 48 hr. Plants of the control treatment were further used for the phenotyping study as described above.

2.5 | Statistical analysis

All statistical and quantitative genetics analyses were conducted using R v.3.5.3 (R Core Team, 2019).

Differences between habitat types (crop and non-crop) and regions in the phenotypic data were analysed using linear (LMM; for seed size, final size, final dry weight, RGR and phenological assessment) and generalised linear (GLMM; for germination rate and number of leaves after 5 days, assuming a binomial and a Poisson distribution respectively) mixed effects models, from the *lme4* R package using the maximum likelihood criterion to estimate the model parameters (Bates et al., 2015). Habitat type and region nested within habitat type were considered as fixed factors, and mother plant nested within region, which in turn was nested within habitat type, as random factor. The Akaike information criterion and *p*-values from chi-square tests were used to select the best model and determine the significance of fixed factors respectively. Prior to statistical analyses, spatial independence of data (i.e. spatial autocorrelation) was tested for each variable using a Mantel test from the *ade4* R package (Dray and Dufour, 2007). The results showed absence of spatial autocorrelation for every variable (Figure S1), validating the statistical procedures described above. When a significant regional effect was reported, correlation tests (i.e. Pearson's product-moment correlation coefficient and Spearman's rho) between traits and values of the co-ordinates of the two first axes of the climate PCA (Figure 1) were performed to determine whether the variation could be explained by climatic conditions of the populations.

For the herbicide resistance experiment, differences between treatment and habitat type were evaluated in a similar way (i.e. LMMs for the phytotoxicity rating and dry weight; GLMM for the presence of regrowth, assuming a binomial distribution). Both treatment and habitat type were included as fixed factors, while region

nested within habitat type and mother plant nested within region, nested in turn within habitat type, were considered as random. The control treatment, displaying only healthy plants, was removed from the statistical analyses to avoid an overrepresentation of one category.

Normality of the residuals of models and heteroscedasticity of the data on all fixed factors were tested using QQ-plots and Levene's tests respectively. Data were square-root or \log_{10} transformed when necessary to meet the assumptions of LMMs.

Q_{ST} is a standardised metric used to evaluate the degree of genetic differentiation among populations in quantitative traits (Lynch and Walsh, 1998). In this study, differentiation in quantitative traits between habitat types ($Hab-Q_{ST}$) and among regions within habitat type ($Reg-Q_{ST}$) were calculated as $Hab-Q_{ST} = \sigma^2_H / \sigma^2_H + \sigma^2_R + 4\sigma^2_{MP}$ and, $Reg-Q_{ST} = \sigma^2_R / \sigma^2_R + 4\sigma^2_{MP}$ where σ^2_H is the additive genetic variance explained by habitat type, σ^2_R the additive genetic variance explained by region within habitat type, and σ^2_{MP} the additive genetic variance among mother plants within regions. As seeds collected from one mother plant are considered as half-sibs, was estimated as four times the observed variance among mother plants. The LMM/GLMM models used to obtain variance components to calculate and included habitat type, regions nested within habitat type, and mother plants nested within regions nested in turn within habitat type as random factors. For LMMs, the additive genetic variance components were calculated using restricted maximum likelihood (REML) from the *lme4* R package. For GLMMs, we used the *QGglm* R package to compute quantitative genetic parameters (de Villemereuil et al., 2016). We used the results of these statistical models to evaluate the significance of values.

In addition to Q_{ST} metrics, the narrow-sense heritability (h^2), corresponding to the within-population variation, was calculated for each population and each quantitative trait as $h^2 = \sigma^2_{MP} / \sigma^2_{MP} + \sigma^2_{res}$, where σ^2_{MP} is the additive genetic variance among mother plants and σ^2_{res} the residual variance corresponding to the variation within mother plants. We tested for equality of the variance and mean of h^2 values between crop and non-crop populations for each quantitative trait and for the average, using *F* and Mann–Whitney tests for variance and mean comparisons respectively. Note that h^2 values were not calculated for the germination rate as this variable is composed of binomial data.

3 | RESULTS

3.1 | Phenotyping study

3.1.1 | Differentiation between habitat types

The LMM/GLMM models computed on phenotypic traits and on phenology showed no significant differences between plants from the two habitat types, with the exception of dry weight (Table S3), for which crop populations were heavier than non-crop populations (Figure 2). This trend was confirmed by the $Hab-Q_{ST}$ estimates

(Table 1), which yielded a value of 0.154 for dry weight, while all other quantitative traits showed values of 0.

3.1.2 | Variation among regions

LMM/GLMM models revealed a highly significant regional effect within habitat type for four out of seven traits and for five out of seven when disregarding the habitat type factor (Table S3), that is germination rate, seed size, final size, RGR and phenological stage. For these variables, estimates of $\text{Reg}-Q_{ST}$ were relatively low, ranging from 0.066 for seed size to 0.261 for the phenological stage. Among the five traits showing a significant regional effect, four were significantly correlated with PC1 of the climate analysis (Figure 3; Table S4a), which separated more western sites with higher precipitation and lower temperatures (e.g. REL and CHN, described as 'temperate populations' in the comparison below) from more eastern sites with higher temperatures and lower precipitation (e.g. ADE and BOI, described as 'arid populations'; Figure 1; Note S1). For instance, seeds were smaller in temperate populations compared to arid ones, and plants from temperate populations matured earlier compared to arid ones (Figure 3). However, for some traits, these trends differed between the habitat types. For instance, the germination rate of non-crop populations was higher for arid populations compared to temperate populations, while no trend was observed for the crop populations, and an opposite was observed for the RGR (Figure 3). The second axis (PC2) of the climate analysis differentiates the two

sites (SET) with the highest annual temperature range and the lowest precipitation seasonality, most likely related to the higher elevation of the SET sites (Table S1). However, none of the studied plant traits were correlated with PC2 (Table S4b).

3.1.3 | Variation within populations

The narrow-sense heritability (h^2) of trait averages ranged from 0.28 ± 0.08 (SD) to 0.71 ± 0.19 for crop populations and from 0.40 ± 0.15 to 0.63 ± 0.22 for non-crop populations (Figure 4; Table S5a), and showed no significant differences between both habitat types (Figure 4; Table S5b). Furthermore, the F test of variance equality showed no significant difference between crop and non-crop populations, overall and for each phenotypic and phenological traits tested separately (Table S5).

3.1.4 | Herbicide resistance

The herbicide resistance study revealed no resistant plants, that is 100% of plants had died 6 weeks after herbicide treatment (Figure 5a). For the phytotoxicity assessments after 2 and 4 weeks, dry weight and presence of regrowth, we found no significant effect of habitat type (Figure 5a; Table S6). However, the effect of the two herbicides differed significantly (Table S6): 2 weeks after spraying, the phytotoxicity symptoms of the florasulam + 2,4-D herbicide were more advanced compared to amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium. Consequently, florasulam + 2,4-D resulted in faster plant mortality already within 4 weeks after spraying. In line with this, plants treated with florasulam + 2,4-D showed significantly lower dry weight (Figure 5b) and fewer plants with regrowth compared to plants treated with amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium, that is among the 480 plants observed, 19% and 33% of them showed regrowth for florasulam + 2,4-D and amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium treatments respectively.

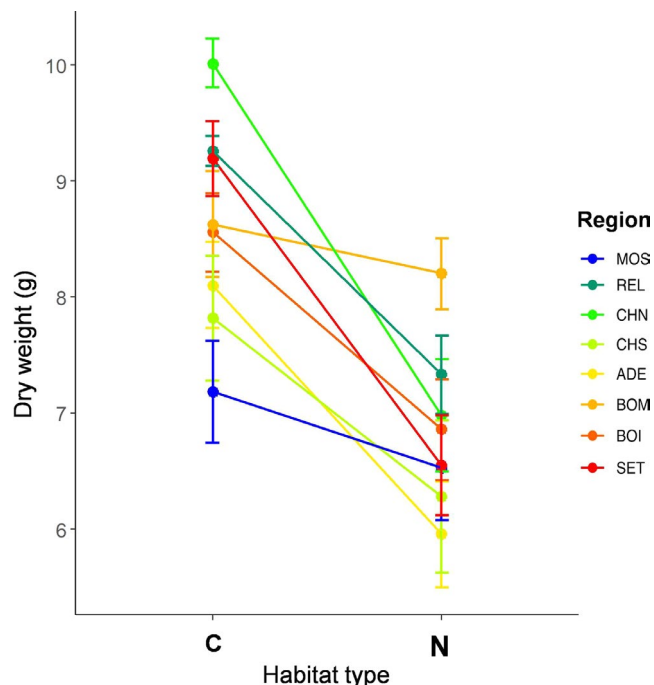


FIGURE 2 Dry weight (mean \pm standard error) of *Sinapis arvensis* plants in crop (C) and non-crop (N) populations (p -value $< .001$; see Table S3 for the results of the model). Colours correspond to the eight regions in Figure 1

4 | DISCUSSION

4.1 | Absence of differentiation between habitat types

The common garden study revealed no differentiation for most of the quantitative traits between *S. arvensis* populations collected in crop and non-crop fields. This absence of habitat differentiation suggests high gene flow between the two habitat types due to the proximity (≤ 2 km) of crop and non-crop populations (Vigueira et al., 2013). This allows natural dispersal of seeds and pollen between habitat types, as well as human-induced dispersal of seeds following harvesting activities, prominent in the cereal regions in Algeria. Transport of straw balls from wheat fields to livestock farming and plant residues after harvest can disperse weed seeds into adjacent

Trait	V_t	V_{Hab}	V_{Reg}	V_{MP}	V_{res}	Hab– Q_{ST}	Reg– Q_{ST}
Germination rate	0.1803	0.0000	0.0138	0.1437	0.1306	0.000	0.088
Seed size	0.0463	0.0000	0.0083	0.1169	0.0088	0.000	0.066
Leaf number	0.1850	0.0000	0.0232	0.2116	0.1089	0.000	0.099
Final size	0.0168	0.0000	0.0012	0.0117	0.0127	0.000	0.091
Dry weight	0.0558	0.0074	0.0013	0.0392	0.0373	0.154	0.026
RGR	0.9895	0.0000	0.1593	1.2038	0.5293	0.000	0.117
Phenological stage	0.3749	0.0000	0.1634	0.4617	0.0961	0.000	0.261

Note: RGR, relative growth rate.

non-crop fields (Glasner et al., 2019). Furthermore, free pasture of ruminants in crop fields after harvest results in the transportation of weed seeds to non-cultivated areas within the farm territory (Petit et al., 2012). Contrary to our expectations, we found no significant difference in within-population variation between the two habitat types, underlying as well a high gene flow between the two habitat types.

The fact that the phenology of *Ambrosia artemisiifolia* L. was found to not differ between ruderal and agricultural habitats when grown in a common garden has been suggested to indicate that phenological sensitivity is altered by environmental conditions, such as temperature, rather than by management interventions in agricultural habitats (Leiblein-Wild and Tackenberg, 2014). This finding is in line with the climatic trend in phenology observed in our greenhouse study (Figure 3, cf. 4.2 below). We also found no effect of habitat type on germination rate, which is congruent with results for *Senecio vernalis* Waldst. & Kit. populations from various habitat types, such as roadsides and semi-dry grasslands (Hantsch et al., 2013). Furthermore, our Q_{ST} values revealed very low genetic divergence between the two habitat types. Similarly, Dodet (2009) found low among-population variation in *Cyperus esculentus* L., suggesting high dispersal and numerous new infestations.

Only dry weight differed between habitats, with higher biomass in plants from crop populations. This could be explained by increased nitrogen availability in the crop populations resulting in maternal environment effects (Leiblein-Wild and Tackenberg, 2014; Leiss and Müller-Shärer, 2001; Neve et al., 2018).

While a phenotyping study followed by quantitative genetic analysis is an effective approach to assess among- and within-population variation and population differentiation (Steinger et al., 2002), it does not directly assess evolutionary processes such as natural selection or phenotypic plasticity that may be at the origin (or lack) of phenotypic variation. Coupling our Q_{ST} approach with a neutral molecular marker study (F_{ST}) would help distinguish between these evolutionary processes (Leinonen et al., 2013) and thus provide a better understanding of the lack of genetic differentiation in this species. Furthermore, phenotypic trait measurements should also be extended in future studies, for example by including reproductive traits.

TABLE 1 Estimates of variation in quantitative genetic traits between crop and non-crop habitat types (Hab– Q_{ST}), and among regions within habitat types (Reg– Q_{ST}) for each phenotypic and phenological trait. Variance components of hierarchical models are given: V_t (total variation observed), V_{Hab} (variance between habitat types), V_{Reg} (variance among regions within habitat types), V_{MP} (four times the variance among mother plants within regions within habitat types), V_{res} (residual variance). Significant Q_{ST} values (p -value < .001) are shown in bold (see Table S3 for results of the models).

4.2 | Regional differentiation along temperature and precipitation gradients

Overall differences among regions were found for several traits, including germination rate, seed size, final size, RGR and phenological stage. Except for final size, the variation found between regions followed a climatic gradient from east to west. Plants collected in temperate populations displayed a more advanced reproduction and faster growth rates, smaller seed size and faster germination rates compared to arid populations. Both crop and non-crop populations were concerned, excepted for the RGR in non-crop populations and the germination rate in crop populations for which no significant climatic effects were found (Figure 3). Adaptation to such climatic gradients has commonly been found. For instance, larger seed size coincides with increasing local aridity for several species of *Glycine* in Australia (Murray et al., 2003), and larger seeds are found in environments with constantly low precipitation, while under highly fluctuating precipitation, either small or large seeds can be optimal (Volis and Bohrer, 2013). These findings are thus in line with the larger seed size of *S. arvensis* populations in arid populations (Table S1). Similarly, the faster germination and growth and more advanced reproduction observed in temperate populations might also be selected under the wetter conditions. Warmer temperatures generally have been found to accelerate the phenology of organisms around the world (e.g. Park et al., 2018 for 7,000 herbarium specimens representing 30 plant species in eastern United States), whereas our results show more advanced phenology in temperate regions than arid ones, which might be due to other environmental parameters in these regions. Smaller seeds are often reported to have a higher RGR (Turnbull et al., 2012), which is in line with our results, but a faster RGR in wetter conditions was only found for non-crop populations. Thus, the crop populations did not differ in RGR along the climatic gradient, which may be because plants from crop habitats are also affected by agricultural practices (Neve et al., 2009) that favour a high RGR throughout the region and explaining the observed higher biomass of the crop populations. The lack of significance for the difference in RGR between the habitat types might be due to the small sampling size.

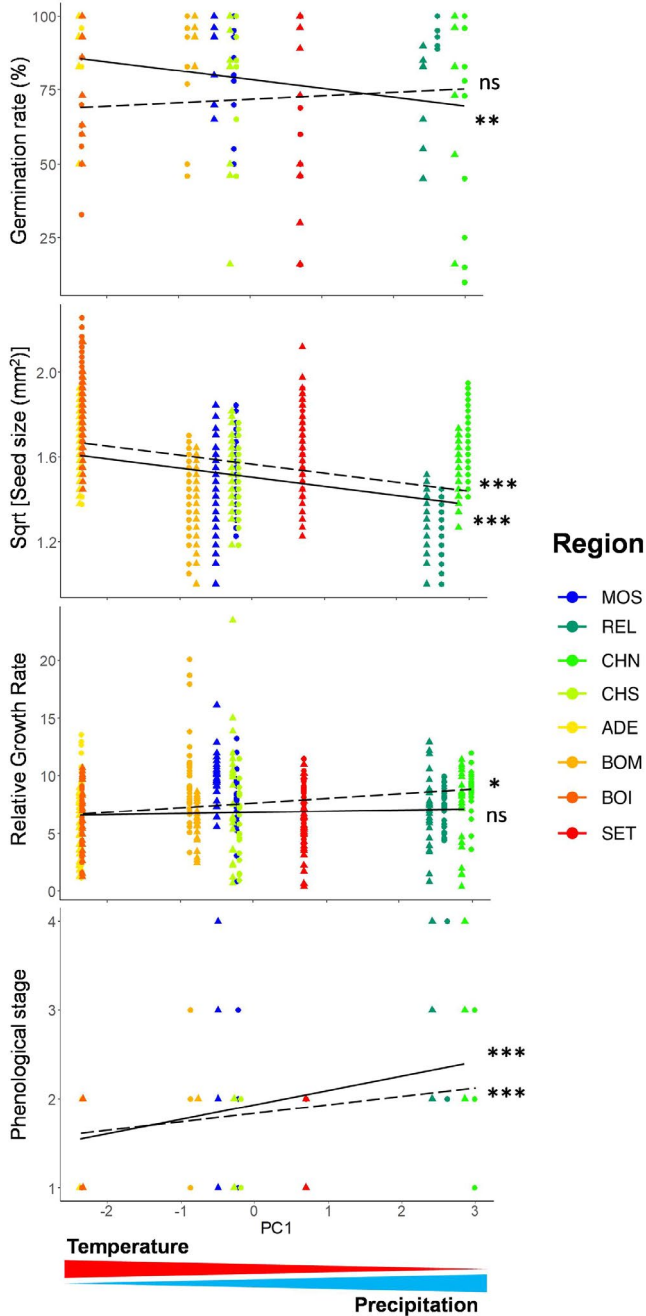


FIGURE 3 Divergence in phenotypic and phenological traits of *Sinapis arvensis* populations for crop (circles; dashed lines) and non-crop (triangles; solid lines) populations along a temperature and precipitation gradient represented by PC1 (Note S1). Only significant correlations between PC1 and traits are shown (see Table S4 for results of correlation tests for PC1 and PC2; no significant correlations were found with PC2); *** p -value < 0.001; ** p -value < 0.01; * p -value < 0.05; ns non-significant. Colours correspond to the eight regions in Figure 1

4.3 | Absence of herbicide resistance even in crop populations

Resistance of weed populations to the two herbicides tested in our study has been reported in Mediterranean countries. For

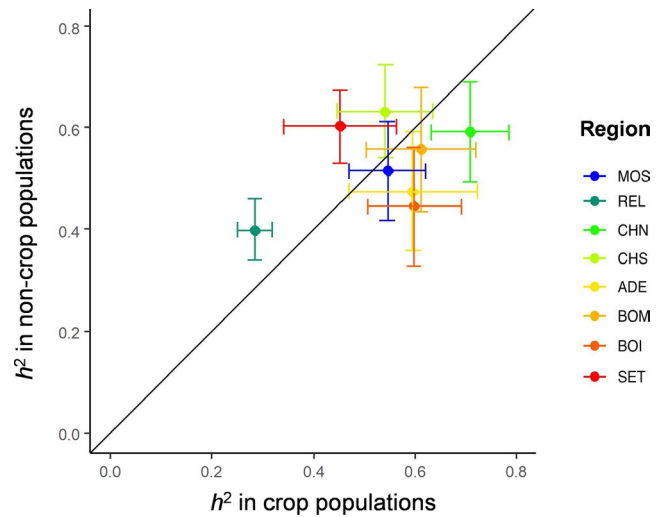


FIGURE 4 Relationship between estimates of average heritability over six quantitative traits within crop and non-crop populations (mean \pm standard error). The solid line corresponds to the equality ($y = x$). Colours correspond to the eight regions in Figure 1

instance, *Galium spurium* L. seedlings from three out of eight populations in Northern Greece showed a high level of resistance to florasulam + 2,4-D even at eight times the recommended dose (Papapanagiotou et al., 2019). Moreover, four out of 68 populations of *Bifora radians* M. Bieb. in Central Turkey were found to be resistant to amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium according to visual rating and molecular analyses (Altop et al., 2017). In the light of these recent findings and little regulation concerning the application of these herbicides in Algeria, resistance of crop weeds to the two herbicides tested could be expected.

In our preliminary analysis, however, we found no signs of resistance to the two herbicides tested. This could simply be explained by the low number of mother plants tested from each population (10 mother plants per population), resulting in a detection level of only 10%. Thus, resistance could well exist at a lower level, as the herbicide has only been applied in wheat crops in Algeria over the last 8 years and only once per season, but repeatedly at the same site due to the absence of crop rotation (Institut Technique des Grandes Cultures, Algeria, personal communication). Another reason for the absence of herbicide resistance in our study plants could be the fact that plants grown in the greenhouse are more sensitive to herbicides compared to open field conditions (Dalton and Boutin, 2010). Thus, the double dose used in our study may have killed even resistant biotypes. To provide a more sensitive test for herbicide resistance, a dose-response study in comparison with known susceptible and resistant populations is needed. Furthermore, seeds of *S. arvensis* can remain viable in the soil for 60 years (Warwick et al., 2000). Germinating seeds from the long-lived seed bank may therefore originate from plants never exposed to the herbicide (Moodie et al., 1997). Indeed, following continuous applications, resistant biotypes of some weedy species were reported only after 18, 9, 10, 25 and 10 years for 2,4-D, Dalapon, Atrazine, Picloram and Trifluralin

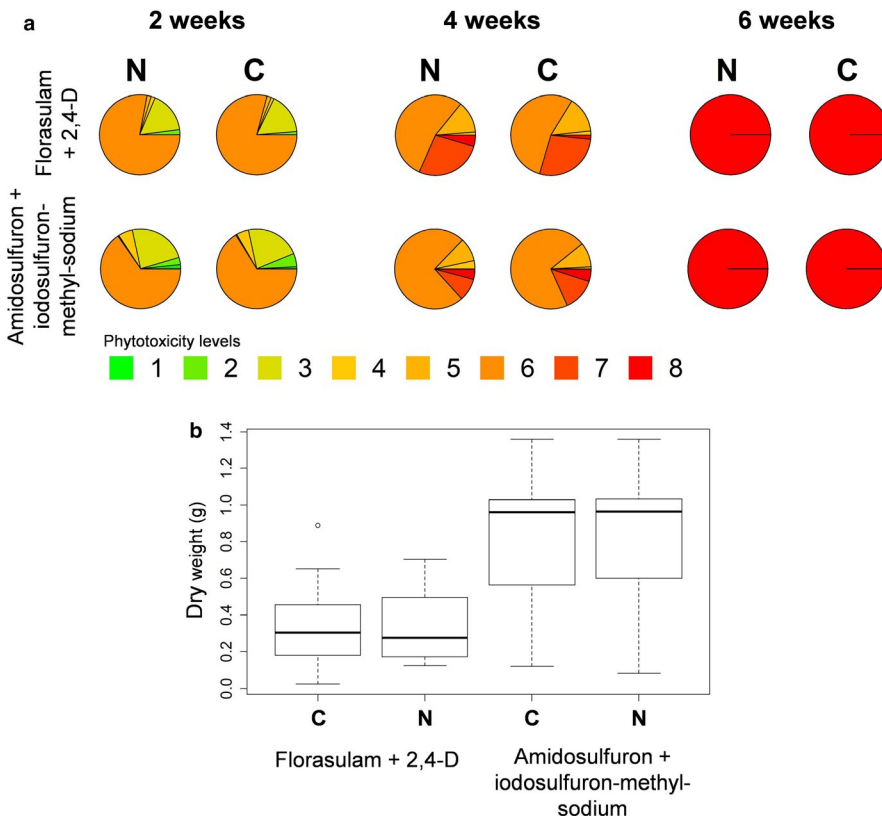


FIGURE 5 (a) Phytotoxicity symptoms of the *Sinapis arvensis* plants treated with the two herbicides for populations from crop (C) and non-crop (N) habitats, 2, 4 and 6 weeks after spraying. Numbers indicate phytotoxicity classes according to the EWRS scale, ranging from 1: healthy to 8: dead plant (Table S2). (b) Differential effect of the two herbicides on dry weight (g) 6 weeks after spraying (p -value < .001; see Table S6 for results of the models)

herbicides respectively (LeBaron, 1991). Chemical control of weeds in Algeria starts during the winter season at the 2–6 leaf stage of most cereal weeds, thus re-emergence of *S. arvensis* after spraying herbicide is very likely due to its short life cycle of around 100 days (Warwick et al., 2000), allowing it to still reach seed set before harvest. No resistant biotypes were detected for either amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium or florasulam + 2,4-D, but the latter showed earlier phytotoxicity symptoms, earlier mortality and thus reduced biomass of the plants compared to the former. We attribute this to the fact that florasulam + 2,4-D is a combination of ALS-inhibitor and auxinic herbicide. As described by the manufacturers, florasulam + 2,4-D and amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium stop the growth of weeds 1 and 7 days after their application, with complete weed control after 2–4 and 4–5 weeks respectively. In line with this, the more frequent regrowth after amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium treatment suggests a lower efficiency compared to florasulam + 2,4-D.

4.4 | Implications for management

The studied *S. arvensis* populations showed genetic differentiation in quantitative traits across regions, but strong similarity between crop and non-crop habitat types within the same region. This suggests significant gene flow through pollen or seeds between adjacent habitat types, but not across crop fields at a larger scale, as would be expected by contamination of crop seeds from common sources, or movement of agricultural machinery. This allows formulation of

management advice in order to reduce *S. arvensis* densities in both habitats. Presently, *S. arvensis*, the most prominent competitive weed in cereal crops in Algeria, can be successfully controlled by herbicides, as also evidenced by our results. However, continual application of the same active ingredients in the same fields is expected to select for herbicide-resistant biotypes in the near future. Preventive measures to reduce *S. arvensis* densities in crop habitats are therefore needed. Firstly, spread of seeds from crop to adjacent habitats could be reduced by better protecting straw balls from losing weed seeds when they are transported from crop fields, and by restricting pasturing of ruminants in crop fields after harvest. Otherwise, once established in adjacent non-crop habitats, the same potentially resistant weed populations can re-infest crop fields by natural spread or human activities. Furthermore, more emphasis should be given to better management of high-density *S. arvensis* populations in the vicinity of crop fields, for example by overseeding more competitive and locally adapted native grass or leguminous species. Controlling weeds efficiently in crops without favouring herbicide resistance requires the integrated use of preventative, chemical and physical control measures, ideally under crop rotation schemes that allow for herbicides with different active ingredients and for different periods of management interventions (sowing, weed control, harvest and tillage).

ACKNOWLEDGEMENTS

Sara Benchaa thanks the Swiss Federal Commission for Scholarships for Foreign Students for funding to carry out this project at the University of Fribourg through a Swiss Government

Excellence Scholarship. We thank Patrick Favre for his help on data recording, Rudolf Rohr and Yan Sun for advice on statistical models and quantitative genetic analyses and Russell Naisbit for final editing.

CONFLICT OF INTEREST

No conflict of interest.

ORCID

Sara Benchaa  <https://orcid.org/0000-0001-6153-4215>

REFERENCES

- Altop, E.K., Mennan, H. & Işık, D. (2017) Buğday ekim alanlarında sorun olan *Bifora radians* Bieb. (Kokarot)'in ALS inhibitörü herbisitlere dayanıklılığının PCR temelli olarak belirlenmesi. *Anadolu Journal of Agricultural Sciences*, 32, 153–163.
- Bates, D., Maechler, M., Bolker, B. & Walker, S. (2015) Fitting linear mixed-effects models using lme4. *Journal of Statistical Software*, 67, 1–48.
- Berrows, G.E. & Tyrl, R.J. (Eds.) (2013) *Toxic plants of North America*. Iowa: Wiley-Blackwell.
- Bingham, R., King, P. & Keck, A.G. (2017) An investigation of tradeoffs in herbicide resistant *Brassica rapa*: effects on pollen and ovule production, biomass and development. *American Journal of Environmental Sciences*, 13, 22–29.
- Bommarco, R., Lönn, M., Danzer, U., Pålsson, K.J. & Torstensson, P. (2010) Genetic and phenotypic differences between thistle populations in response to habitat and weed management practices. *Biological Journal of the Linnean Society*, 99, 797–807.
- Christoffers, M.J., Nandula, V.K., Howatt, K.A. & Wehking, T.R. (2006) Target-site resistance to acetolactate synthase inhibitors in wild mustard (*Sinapis arvensis*). *Weed Science*, 54, 191–197.
- Dalton, R.L. & Boutin, C. (2010) Comparison of the effects of glyphosate and atrazine herbicides on nontarget plants grown singly and in microcosms. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 29, 2304–2315.
- De Villemereuil, P., Schielzeth, H., Nakagwa, S. & Morrissey, M. (2016) General methods for evolutionary quantitative genetic inference from generalized mixed models. *Genetics*, 204, 1281–1294.
- Dezfooli, A. (2000) *Competition between wild mustard (Sinapis arvensis L.) and spring wheat (Triticum aestivum L.)*. MSc thesis, University of Guelph, Ontario, Canada.
- Dodet, M. (2009) *Diversité génétique et phénologie de Cyperus esculentus L. (Cyperaceae) pour une gestion intégrée de l'espèce dans les cultures de Haute Lande*. PhD thesis. University of Bourgogne, Bourgogne, France.
- Dray, S. & Dufour, A. (2007) The ade4 package: Implementing the duality diagram for ecologists. *Journal of Statistical Software*, 22, 1–20.
- Durka, W., Michalski, S.G., Berendzen, K.W., Bossdorf, O., Bucharova, A., Hermann, J.-M. et al (2017) Genetic differentiation within multiple common grassland plants supports seed transfer zones for ecological restoration. *Journal of Applied Ecology*, 54, 116–126.
- Glasner, C., Vieregge, C., Robert, J., Fenselau, J., Bitarafan, Z. & Andreasen, C. (2019) Evaluation of new harvesting methods to reduce weeds on arable fields and collect a new feedstock. *Energies*, 12, 1–13.
- Hall, J.C. & Romano, M.L. (1995) Morphological and physiological differences between the auxinic herbicide-susceptible (S) and -resistant (R) wild mustard (*Sinapis arvensis* L.) biotypes. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 52, 149–155.
- Hantsch, L., Bruelheide, H. & Erfmeier, A. (2013) High phenotypic variation of seed traits, germination characteristics and genetic diversity of an invasive annual weed. *Seed Science Research*, 23, 27–40.
- Hatami, Z.M., Gherekhloo, J., Rojano-Delgado, A.M., Osuna, M.D., Alcántara, R., Fernández, P. et al (2016) Multiple mechanisms increase levels of resistance in *Rapistrum rugosum* to ALS herbicides. *Frontiers in Plant Science*, 7, 1–13.
- Hoffmann, W.A. & Poorter, H. (2002) Avoiding bias in calculations of relative growth rate. *Annals of Botany*, 90, 37–42.
- Kraehmer, H., van Almsick, A., Beffa, R., Dietrich, H., Eckes, P., Hacker, E. et al (2014) Herbicides as weed control agents: state of the art: II. Recent achievements. *Plant Physiology*, 166, 1132–1148.
- Lebaron, H.M. (1991) Distribution and seriousness of herbicide-resistant weed infestations worldwide. In: Caseley, J.C., Cussans, G.W. & Atkin, R.K. (Eds.) *Herbicide resistance in weeds and crops*. Oxford: Butterworth Heinemann, pp. 27–55.
- Leiblein-Wild, M.C. & Tackenberg, O. (2014) Phenotypic variation of 38 European *Ambrosia artemisiifolia* populations measured in a common garden experiment. *Biological Invasions*, 16, 2003–2015.
- Leinonen, T., McCairns, R.J.S., O'Hara, R.B. & Merilä, J. (2013) QST-FST comparisons: evolutionary and ecological insights from genomic heterogeneity. *Nature Reviews Genetics*, 14, 179–190.
- Leiss, K.A. & Müller-Shärer, H. (2001) Adaptation of *Senecio vulgaris* (Asteraceae) to ruderal and agricultural habitats. *American Journal of Botany*, 88, 1593–1599.
- Luzuriaga, A.L., Escudero, A. & Pérez-García, F. (2006) Environmental maternal effects on seed morphology and germination in *Sinapis arvensis* (Cruciferae). *Weed Research*, 46, 163–174.
- Lynch, M. & Walsh, B. (Eds.) (1998) *Genetics and analysis of quantitative traits*. Sunderland: Sinauer Associates Inc.
- Moodie, M., Finch, R.P. & Marshall, G. (1997) Analysis of genetic variation in wild mustard (*Sinapis arvensis*) using molecular markers. *Weed Science*, 45, 102–107.
- Murray, B.R., Brown, A.H.D. & Grace, J.P. (2003) Geographic gradients in seed size among and within perennial Australian Glycine species. *Australian Journal of Botany*, 51, 47–56.
- Neve, P., Barney, J., Buckley, Y., Cousens, R., Graham, S., Jordan, N. et al (2018) Reviewing research priorities in weed ecology, evolution and management: a horizon scan. *Weed Research*, 58, 250–258.
- Neve, P., Vila-Aiub, M. & Roux, F. (2009) Evolutionary-thinking in agricultural weed management. *New Phytologist*, 184, 783–793.
- Ntoanidou, S., Madesis, P., Diamantidis, G. & Eleftherohorinos, I. (2017) Trp574 substitution in the acetolactate synthase of *Sinapis arvensis* confers cross-resistance to tribenuron and imazamox. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 142, 9–14.
- Papapanagiotou, A.P., Damalas, C.A., Bosmalı, I., Madesis, P., Menexes, G.C. & Eleftherohorinos, I.G. (2019) *Galium spurium* and *G. aparine* resistance to ALS-inhibiting herbicides in Northern Greece. *Planta Daninha*, 37, e019207288.
- Park, D.S., Breckheimer, I., Williams, A.C., Law, E., Ellison, A.M. & Davis, C.C. (2018) Herbarium specimens reveal substantial and unexpected variation in phenological sensitivity across the eastern United States. *Philosophical Transactions of the Royal Society B*, 374, 20170394.
- Petit, S., Alignier, A., Colbach, N., Joannon, A., Le Cœur, D. & Thenail, C. (2012) Weed dispersal by farming at various spatial scales. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 33, 205–217.
- R Core Team. (2019) *R: a language and environment for statistical computing*. Vienna: R Foundation for Statistical Computing.
- Steinger, T., Haldimann, P., Leiss, K.A. & Müller-Schärer, H. (2002) Does natural selection promote population divergence? A comparative analysis of population structure using amplified fragment length polymorphism markers and quantitative traits. *Molecular Ecology*, 11, 2583–2590.
- Turnbull, L.A., Philipson, C.D., Purves, D.W., Atkinson, R.L., Cunniff, J., Goodenough, A. et al (2012) Plant growth rates and seed size: a re-evaluation. *Ecology*, 93, 1283–1289.
- Vigueira, C.C., Olsen, K.M. & Caicedo, A.L. (2013) The red queen in the corn: agricultural weeds as models of rapid adaptive evolution. *Heredity*, 110, 303–311.

- Volis, S. & Bohrer, G. (2013) Joint evolution of seed traits along an aridity gradient: seed size and dormancy are not two substitutable evolutionary traits in temporally heterogeneous environment. *New Phytologist*, 197, 655–667.
- Warwick, S.I., Beckie, H.J., Thomas, A.G. & McDonald, T. (2000) The biology of Canadian weeds. 8. *Sinapis arvensis*. L. (updated). *Canadian Journal of Plant Science*, 55, 171–183.

SUPPORTING INFORMATION

Additional supporting information may be found online in the Supporting Information section.

How to cite this article: Benchaa S, Bouchemousse S, Abdelkrim H, Müller-Schärer H. Absence of genetic differentiation in performance traits of *Sinapis arvensis* populations from crop and non-crop habitats across Northern Algeria: Implications for management. *Weed Res.* 2021;00:1–10. <https://doi.org/10.1111/wre.12481>

ملخص

يمكن أن تنشأ الأعشاب الضارة للمحاصيل من الأراضي الفلاحية المجاورة وتنتشر بشكل طبيعي من الأراضي غير المزروعة وكذلك غزو الحقول المزروعة الأخرى بالآلات أو كملوثات للبذور المزروعة. يمكن أن يؤدي هذا التنشيط المستمر إلى تجانس مجموعات الأعشاب الضارة ونقل جينات المقاومة. في هذه الدراسة، درسنا (أ) التباين الجيني في الصفات الكمية و (ب) مستوى المقاومة لاثنين من مبيدات الأعشاب المستخدمة على نطاق واسع - amidosulfuron + iodosulfuron-méthyl sodim ، florasulam + 2,4-D في ثمانية أزواج من مجموعات في ثمانية أزواج من مجموعات من خردل الحقول *Sinapis arvensis* من حقول القمح وموقع مجاور غير مزروع في ثماني مناطق في شمال الجزائر. أظهر المنهج الوراثي الكمي بشأن البيانات المظهرية والفيولوجية للأنواع تحت ظروف خاضعة للرقابة مستويات متشابهة من التباين الجيني داخل المجموع وعدم وجود تمايز وراثي في الصفات الكمية بين نوعي الحقول (المزروعة وغير المزروعة). يشير هذا إلى تبادل كبير لبذور و / أو حبوب اللقاح لخردل الحقول بين نوعي الحقول المزروعة وغير المزروعة، ولكن ليس بين حقول القمح على المستوى الإقليمي، حيث وجدنا تأثيراً إقليمياً قوياً لمعظم سمات النباتات التي تمت دراستها لكلا النوعين من الموائل التي كانت مرتبطة بالترجات الطولية لدرجة الحرارة وهطول الأمطار. وجدنا أيضاً عدم وجود مقاومة لكلا المبيدين عند مستوى كشف 10% أظهر florasulam + 2,4-D مستوى ومعدلسمية نباتية أعلى من amidosulfuron iodosulfuron-méthyl-sodium+ بناءً على هذه النتيجة، نقترح تدابير لتسيير أكثر فعالية لمكافحة خردل الحقول، بما في ذلك تقليل تشتت البذور أثناء نقل القش، وتناوب المحاصيل لتجنب تراكم مقاومة مبيدات الأعشاب، وإدارة المجموعات في المناطق المجاورة مباشرة للحقول المزروعة والبحث عن مبيدات من الأعشاب الطبيعية من أجل مكافحة مسؤولة بيئياً. تعتبر مبيدات الأعشاب من أهم الكيماويات الزراعية لزيادة الإمدادات الغذائية حيث أن الأعشاب الضارة مسؤولة عن الانخفاض الكبير في الإنتاج الزراعي. ومع ذلك، فإن مبيدات الأعشاب ليست إلا مجرد عوامل بسيطة لمكافحة الحشائش. هدفت الدراسة الحالية إلى تقييم التأثير المبيد للأعشاب للزيوت الأساسية لثلاثة أنواع، وهي *Thymus fontanesii* ، *calamintha* subsp. *nepeta* ، *Satureja* و *Eucalyptus citriodora* على بعض الحشائش الضارة في الجزائر. *Sinapis arvensis* ، *Avena fatua* ، *Sonchus oleraceus* ، *Cyperus Xanthium strumarium* ، *Orobanche crenata* ، *rotundus* و *Cuscuta campestris* تم تقدير تقييم النشاط المبيد للأعشاب من خلال الاختبارات الحيوية في المختبر وفي الجسم الحي وفي الموقع في وجود زراعة القمح الصلب. تم تحليل الزيوت المعزولة بالتقطير المائي بواسطة كاشف التآين باللهب اللوني للغاز (GC-FID) وقياس الطيف الكتلي (52.1) le carvacrol (GC (MS). % (، le thymol (13.3) ، p-cymene (12.2) ، (8.1) γ -terpinene % (كانت المركبات السائدة في الزيوت لـ *T. fontanesii* ، cineole (28.41.8) % (، pulégone (10.2) % (، la menthone (9.7) % (و isomenthone (9.6) % (في الزيت من *S. calamintha* بينما 64.7) le citronellal % (و citronellol (10.9) % (في HE من *E. citriodora*. تأثر الانتاش وطول الجذور والشتلات بشدة بكل التركيزات المستخدمة (0.01 ، 0.02 ، 0.03)%. بينما كانت التركيزات الأعلى (0.03)٪ ضرورية لنشاط مبيد عشبي كامل الفعالية على النباتات الطفيلية. أظهرت النباتات في مرحلة 3-4 أوراق المعالجة بالمحاليل الزيتية المختلفة أعراض سمية نباتية واضحة بعد 6 أيام من العلاج. تأثر عمل جهاز التمثيل الضوئي وسلامة غشاء البلازما بشدة بالتركيزات المختلفة 3 للزيوت. ومع ذلك، أظهر القمح الصلب مقاومة قوية للمعالجات المستخدمة. في الحقل المكشوف، تظهر أعلى تركيزات فقط من كل زيت تأثيرات قريبة من المعالجة الكيميائية (مبيدات الأعشاب ثنائية الفلقة + مبيدات الأعشاب أحادية الفلقة) على الكثافة (التغطية) و ثراء الحشائش في المحصول وعلى المحصول والوزن ألف بذرة من القمح الصلب. بناءً على هذه النتائج، يمكن أن نستنتج أن هذه العناصر الثلاثة تمتلك نشاطاً مبيداً للأعشاب ضد الأنواع من عائلات نباتية مختلفة ويمكن استخدامها كمبيد أعشاب طبيعي. ومع ذلك، سيكون من المثير للاهتمام توسيع نطاق البحث وتقييم إمكانات مبيدات الأعشاب للأنواع العطرية الثلاثة، مما يفتح الطريق لدراسات تجريبية أخرى على هذه العناصر العطرية ومكوناتها، وتركيباتها كمبيدات أعشاب وتطبيقاتها في الحقول المفتوحة في وجود المحاصيل.

الكلمات المفتاحية: الأعشاب الضارة، *Sinapis arvensis*، الكمي الوراثي، مبيدات الأعشاب، الزيوت الأساسية، مكافحة البيولوجية، السمية النباتية.

RÉSUMÉ

Les adventices des cultures peuvent provenir d'habitats adjacents et se dispersent naturellement à partir d'habitats non cultivés ainsi qu'envahir d'autres champs cultivés par des machines ou en tant que contaminants des semences cultivées. Cette dispersion constante peut homogénéiser les populations et transmettre des gènes de résistance. Dans cette étude, nous avons examiné (a) la variation génétique des caractères quantitatifs et (b) le niveau de résistance à deux herbicides largement utilisés, amidosulfuron + iodosulfuron-méthyl-sodium et florasulam + 2,4-D, dans huit paires de populations de *Sinapis arvensis* L. de l'habitat champ de blé et un site adjacent non cultivé dans huit régions du Nord d'Algérie. Notre approche génétique quantitative sur les données phénotypiques et phénologiques de l'espèce sous les conditions contrôlées a montré des niveaux similaires de variation génétique au sein de la population et aucune différenciation génétique dans les traits quantitatifs entre les deux types d'habitats. Cela indique un échange important de graines et/ou de pollen de *S. arvensis* entre les deux types d'habitats, mais pas entre les champs de blé à l'échelle régionale, car nous avons trouvé un fort effet régional pour la plupart des traits des plantes étudiées pour les deux types d'habitats qui étaient corrélés avec des gradients longitudinaux de température et de précipitation. Nous avons également trouvé une absence de résistance contre les deux herbicides à un niveau de détection de 10 %. Florasulam + 2,4-D a montré un niveau et une vitesse de phytotoxicité plus élevés que l'amidosulfuron + iodosulfuron-méthyl-sodium. D'après ce constat, nous proposons des mesures pour une gestion plus efficace de *S. arvensis*, y compris la minimisation de la dispersion des graines pendant le transport des balles de paille, la rotation des cultures pour éviter l'accumulation de résistance aux herbicides, la gestion des populations à proximité immédiate des champs cultivés et la recherche des herbicides naturelles pour une lutte éco-résponsable. Les herbicides sont considérés comme les produits agrochimiques les plus importants pour augmenter l'approvisionnement alimentaire comme les adventices sont responsables de la réduction majeure de la production agricole. Malheureusement, les herbicides ne sont pas que de simples agents anti-adventices. La présente étude visait à évaluer l'effet herbicide des huiles essentielles (HEs) de trois espèces, à savoir *Thymus fontanesii* Boiss. et Reut., *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* Briq. et *Eucalyptus citriodora* Hook. sur certaines des adventices les plus nuisibles en Algérie (*Sinapis arvensis* L., *Avena fatua* L., *Sonchus oleraceus* L., *Xanthium strumarium* L., *Cyperus rotundus* L., *Orobanche crenata* Forsk. et *Cuscuta campestris* Yuncker). L'évaluation de l'activité herbicide des HEs a été estimée par des bio-essais *in vitro*, *in vivo* et *in situ* en présence de culture de blé dur. Les HEs isolées par hydrodistillation ont été analysées par chromatographie en phase gazeuse-détecteur à ionisation de flamme (GC-FID) et GC-spectrométrie de masse (MS). Le carvacrol (52,1 %), le thymol (13,3 %), le p-cymène (12,2 %) et le γ -terpinène (8,1 %) étaient les composés dominants dans l'HE de *T. fontanesii*, 1,8-cinéole (28,4 %), pulégone (10,2 %), la menthone (9,7 %) et l'isomenthone (9,6 %) dans l'HE de *S. calamintha* tandis que le citronellal (64,7 %) et le citronellol (10,9 %) dans l'HE d'*E. citriodora*. La germination et la longueur des racines et des plantules des adventices ont été fortement affectés par toutes les concentrations utilisées (0.01, 0.02 et 0.03%). Tandis que, les concentrations (0.03%) plus fortes ont été nécessaires pour une activité herbicide totalement efficace sur les plantes parasites. Les plantules au stade 3-4 feuilles traitées par les différentes solutions huileuses ont montré des symptômes visibles de phytotoxicité après 6 jours de traitement. Le fonctionnement de l'appareil photosynthétique et l'intégrité de la membrane plasmique ont été fortement touchés par les différentes concentrations des 3 HEs. Néanmoins, le blé dur a montré une forte résistance vis-à-vis les traitements utilisés. En plein champs, seules les concentrations les plus fortes de chaque HE montrent des effets proches de traitement chimique (herbicide anti-dicotylédones+ anti-monocotylédones) sur la densité (recouvrement) et la richesse des adventices dans la culture et sur le rendement et le poids de mille graines de blé dur. Sur la base de ces résultats, on peut conclure que les trois HEs possèdent une activité herbicide à l'égard des espèces de différentes familles botaniques et peuvent être utilisées comme herbicide naturel. Cependant, il serait intéressant, d'élargir le spectre des recherches et d'évaluation du potentiel herbicide des trois espèces aromatiques ce qui ouvre la voie pour d'autres études expérimentales sur ces HEs et sur leurs composants, leurs formulations en tant que herbicide et leurs applications en plein champs en présence des cultures.

ABSTRACT

Weeds can originate from adjacent habitats, dispersing naturally from non-crop habitats as well as brought in from other crop fields by machinery or as contaminants of crop seeds. This constant dispersal may homogenise populations and transmit resistance genes. In this study, we examined (a) the genetic variation in quantitative traits and (b) the level of resistance to two widely used herbicides, amidosulfuron+ iodosulfuron-methyl-sodium and florasulam + 2,4-D, in eight population pairs of *Sinapis arvensis* L. from crop and adjacent non-crop habitats across eight regions in Northern Algeria. Our quantitative genetic approach on phenotypic and phenological data of plants grown under controlled conditions from seeds of these populations showed similar levels of within-population genetic variation and no genetic differentiation in quantitative traits between the two habitat types. This points to an important exchange of *S. arvensis* seeds and/or pollen between the two habitat types, but not among crop fields at the regional scale, as we found a strong regional effect for most of the plant traits for both habitat types that correlated with longitudinal temperature and precipitation gradients. We also found an absence of resistance against the two herbicides at a detection level of 10%. Florasulam + 2,4-D showed a higher level and speed of phytotoxicity compared to amidosulfuron + iodosulfuron-methyl-sodium. Given our findings, we propose measures for more efficient management of *S. arvensis*, including minimisation of seed dispersal during transport of straw balls, crop rotation to avoid the build-up of herbicide resistance, and management of populations in the close vicinity of crop fields and the search for natural herbicides for an eco-responsible weed control. Herbicides are considered as important agrochemicals to increase food supply since weeds are responsible for the major reduction in crop production. Unfortunately, herbicides are more than just anti-weed agents. The present study aimed to evaluate the herbicidal effect of essential oils (EOs) from three species, namely *Thymus fontanesii* Boiss. et Reut., *Satureja calamintha* subsp. *nepeta* Briq. and *Eucalyptus citriodora* on some of the most harmful weeds in Algeria (*Sinapis arvensis* L., *Avena fatua* L., *Sonchus oleraceus* L., *Xanthium strumarium* L., *Cyperus rotundus* L., *Orobanche crenata* Forsk. et *Cuscuta campestris* Yuncker). The evaluation of the herbicidal activity of EOs was estimated by *in vitro*, *in vivo* and *in situ* bioassays in the presence of durum wheat culture. EOs isolated by hydrodistillation were analyzed by gas chromatography-flame ionization detector (GC-FID) and GC-mass spectrometry (MS). Carvacrol (52.1%), thymol (13.3%), p-cymene (12.2%) and γ -terpinene (8.1%) were the dominant compounds in *T. fontanesii* EO, 1,8-cineole (28.4%), pulegone (10.2%), menthone (9.7%) and isomenthone (9.6%) in *S. calamintha* EO while, citronellal (64.7%) and citronellol (10.9%) in *E. citriodora*. Germination and root and seedling length of weeds were strongly affected by all concentrations used (0.01, 0.02 et 0.03%). While, higher concentrations (0.03%) were required for fully effective herbicidal activity on parasitic plants. Seedlings at the 3-4 leaf stage treated with the various oily solutions showed visible symptoms of phytotoxicity after 6 days of treatment. The functioning of the photosynthetic apparatus and the integrity of the plasma membrane were strongly affected by the different concentrations of 3 EOs. Nevertheless, durum wheat has shown strong resistance to the treatments used. In open fields, only the highest concentrations of each EO show effects close to chemical treatment (anti-dicotyledonous herbicide + anti-monocotyledonous herbicide) on the density (coverage) and richness of the weeds in the crop and on the yield and weight of a thousand seeds of durum wheat. Based on these results, it can be concluded that the three EOs possess herbicidal activity against species from different botanical families and can be used as a natural herbicide. However, it would be interesting to broaden the spectrum of research and evaluation of the herbicidal potential of the three aromatic species, which opens the way for other experimental studies on these EOs and on their components, their formulations as herbicides and their applications in open fields in the presence of crops.