UNIVERSITE DE KASDI MERBAH –OUARGLA
FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE
DEPARTEMENT DES SCIENCES AGRONOMIQUES

Mémoire

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière: Sciences Agronomiques

Spécialité : Protection de la Ressource Sol-Eau et Environnement

Présenté par : HASSINI Asma

THEME

Extraction des pesticides dans le sol cultivé de la région d'EL-Hadjira

Soutenu publiquement le : 08 /10/2018

Devant le jury :

Mlle SALHI N.	Maître de conferences A	Université d'Ouargla	Pésidente
Mlle OMEIRI N.	Maître de conferences B	Université d'Ouargla	Promotrice
Mme. ALLOUI N.	Doctorante	Université d'Ouargla	Co-promotrice
M BERKAL I .	Maître de conferences A	Université d'Ouargla	Examinatriceur

Année universitaire : 2017/2018

Remerciement

Nous remercions Dieu tout puissant de nous avoir donné le privilège et la chance d'étudier et nous avoir donné la volonté, la patience et le courage pour terminer ce travail.
Nos vifs et sincères remerciements s'adressent tout particulièrement à notre Université
Kasdi Merbah Ouargla,
qui nous a procurée une bonne formation.
Nous présentons nos sincères remerciements avec nos profonds respects à notre encadreur Melle.
OUMAIRI.NAOUAL
Nous remercions aussi notre Co-encadreur
ALOUI .NABIHA pour nous avoir proposée ce sujet, d'avoir offrir l'opportunité de réaliser ce travail et de bien vouloir
Accepter de le diriger avec beaucoup de compréhension.
Nous remercions les membres du jury d'avoir accepté de lire et d'évaluer ce mémoire.
Nos Plus vifs remerciements vont au Mell
e SALHI .NESSRINE pour avoir accepté de présider ce
Jury. Nous remercions également Mme westani…pour avoir accepté de faire partie de notre jury et d'examiner notre travail.
Nous remercions les responsables et l'ensemble du personnel
du laboratoire de pédologie, département des sciences agronomiques, Mr. Bagari EL-aych,
Mme. Yamina (G), Melle.
Imen et toutes les personnes dans le laboratoire de G2NIE DE PROSIDI aussi toutes les personnes dans le laboratoire surtout Mr.SEGNI ET
N'oublié pas Melle Siham
Enfin nous remercions aussi
toutes les personnes qui nous ont
apportées leur Soutien et qui ont

Dédicaces

Je remercie tout d'abord le bon dieu tout puissant qui m'a donné la force et le courage pour terminer ce travail.

Je dédie ce modeste travail :

A ma très précieuse mère: ***friha***
mon très cher père: ***Bachir***
Mon marie ***Abdelghani***
A mes très chersfrères
A ma très chère sœur
A mes enfants ***ROUCHDI.ROUA.RAID.***
A toute la famille ***Belkeram***

ASMA Hassini

LISTE DES TABLEAUX

N°	Titres	Pages
Tableau 1	Données climatiques de la région d'Ouargla (O.N.M., 2017)	06
Tableau 2	Indice d'aridité de De Martonne	10
Tableau 3	Historique de l'évolution des trois plus grandes classes des Pesticides de 1900 à 2000. (EL MRABET, 2006)	14
Tableau 4	Persistance de quelques pesticides dans les eaux de rivière (ZEBOUDJI, 2005)	16
Tableau 5	Tableau des pesticides utilisés au niveau de la DASE	26
Tableau 6	Calcul de l'Rf de l'extrait des cultures maraichères profondeur 20cm.	42
Tableau 7	Calcul de l'Rf de l'extrait des cultures maraichères profondeur 100cm	43
Tableau 8	Calcul de l'Rf de l'extrait des arbres d'olive	44
Tableau 9	Calcul de l'Rf de l'extrait des céréales culture.	45
Tableau 10	Calcul de l'Rf de l'extrait De palmier dattier	46

LISTE DES FIGURES

N°	Titres	Pages
Figure 1	Situation géographique de la région d'El Hadjira.	03
Figure 2	Diagramme Ombrothérmique de la région d'Ouargla (2007-2017)	08
Figure 3	Localisation de la région d'El Hadjira sur le Climagramme d'Emberger	09
Figure 4	Utilisation des pesticides dans le monde (Union des Industries de la Protection des Plantesin SAIBI,2008)	16
Figure 5	Quantité des pesticides importés en Algérie en tonnes de 1975 à 2007	17
Figure 6	Comportement des pesticides dans le sol	18
Figure 7	Démarche méthodologique.	23
Figure 8	Schéma d'un appareil Soxhlet	31
Figure 9	migration des échantillons sur la plaque de CCM	35
Figure 10	Variation de l'Humidité dans le sol cultivée sous différents cultures	37
Figure 11	Variation du pH dans le sol cultivé sous différentes cultures	38
Figure 12	Variation de la CE dans le sol cultivé sous différentes cultures	39
Figure13	Variation de la M.O dans le sol cultivé sous différentes cultures	40
Figure14	Variation de la C .T dans le sol cultivé sous différentes cultures	41

LISTE DES PHOTOS

N°	Titres	Pages
photo 01	satellitaire des zones étude	24
photo 02	Site d'échantillonnage	25
photo 03	Photo des pesticides utilisés au niveau de la DASE	26
photo 04	Appareil de soxhlet	31
photo 05	Dépôt de l'échantillon sur la plaque	33
photo 06	dépôt de la plaque dans la cuve chromatographique	34
photo 07	Révélation et calcul de R_f.	34
Photo 08	plaque CCM de l'extrait de culture marichaire profondeur 20 cm	42
Photo 09	plaque CCM de l'extrait de culture marichaire profondeur 100 cm	43
Photo 10	plaque CCM de l'extrait d'arbre d'olive	44
Photo 11	plaque CCM de l'extrait de culture céréales culture	45
Photo12	plaque CCM de l'extrait de palmier dattier	46

LISTE DES ABREVIATIONS

O N	Office nationale des météorologie
M.O	Matière organique
C.T	Calcaire totale
CCM	Chromatographie sur couche mince
Rf	Rétention Factor
pH	potentiel hydrogène
DASE	direction agricole saharienne de la région de l'ahdgira

SOMMAIRE

INTRODUCTION……..…….……01

CHAPITRE I: GENERATION SUR LA REGION D'ETUDE

I- Situation géographique de la région d'étude 03

I-2 Cadre Hydrogéologiques de la zone d'étude.....04

I-2.1- Nappe phréatique 04

I.2-2- Nappe de complexe terminal… 04

I-2-3- Nappe du continental intercalaire 04

I-3-Géomorphologie et unités géomorphologiques 05

I-3-1- Hamada 05

I-3-2- Glacis… 05

I-3-3- Sebkhas… 05

I-3-4- Dunes… 06

I-4-Etude des paramètres climatiques… 06

I-4-1-Données Brutes …….....06

I-4-1-1-Température 06

I-4-1-2-Précipitation… 07

I-4-1-3-Vents….....07

I-4-1-4-Evaporation… 07

I-4-1-5-Insolation… 07

I-4-1-6-Humidité de l'air… 07

I-4-2-Synthèses climatique 08

I-4-2-1-Diagramme ombrothermique de Gaussen 1952… .....……..08

I-4-2-2- Climagramme d'Emberger…… 09

I-4-2-3- Indice d'aridité d' Demartone… 10

Chapitre II : GENERALITES SUR LES PESTICIDES

Introduction …… 12

II.1.Définition des Pesticides ……..12

II.2. Classification des Pesticides …….....13

II.2.1. Premier système de classification ……13

II.2.2 Deuxième système de classification ……14

II.3 Conception des pesticides ……15

II.4 Persistance des Pesticides ……16

II.5 Réglementation ……17

II.6 Comportement des pesticides dans les sols et leurs limites ……..18

II.7 Facteurs déterminants des pesticides ……20

II.7.1 Facteurs liés aux propriétés du sol ……20

II.7.1.1 La matière organique ……20

II.7.1.2 Les argiles ……20

II.7.1.3 Le pH ……20

II.7.1.4 Autres facteurs ……21

II.7.2 Facteurs liés aux propriétés des pesticides ……...21

Chapitre III : MATERIEL ET METHODE

III.1 .Approche méthodologique ……23

III.2 Echantillonnage ……24

III .2 .1 Echantillonnage de sol ……. …24

III .2 .2 Echantillonnage des pesticides ……..25

III .2 .2 1 Identification des pesticides utilisés……...……..26

III.3 Méthode d'approche au laboratoire ……..27

III.3.1Analyses physico-chimiques, Chimiques..……....27

III.3.1.1 Teneur en eau (humidité) ……..…27

III.3.1.2 Potentiel hydrogène (pH) ……....27

III.3.1.3 Conductivité électrique (CE) ……..…..27

III.3.1.4 Matière organique ……28

III.3.1.5 Le calcaire total ……28

III.3.1.6 L'azote total …….28

III.3.2 Extraction des pesticides ……28

III.3.2.1l'échantillonnage …….....29

III3.2.2 Le stockage ……...29

III.3.2.3 L'extraction …….29

II.3.2.3.1 L'extraction solide liquide au Soxhlet (SXE) …… 30

III.3.2.4 Analyse qualitative des pesticides : Chromatographie sur couche mince (CCM)..32

III.3.2.4.1 Définition et appareillage: ……32

III.3.2.4.2 Matériels utilisés ……32

III.3.2.4.3Les étapes de réalisation ……33

Chapitre IV : RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 Analyses physico chimiques du sol …….37

IV.1.1 L'humidité …….37

IV.1.2 Le pH …….38

IV.1.3 La Conductivité électrique ……39

IV.1.4 La Teneur en matière organique ……40

IV.1.5 Le Taux du Calcaire total ……..41

IV.1.6 L'azote total ……41

IV.2 Résultats de l'identification qualitative des pesticides par la chromatographie sur couche mine CCM ……..…..…42

IV.2 .1 Extrait du sol des cultures maraichères profondeur 20 cm (CM20)……..…42

IV.2 .2. Extrait du sol des cultures maraichère Profondeur 100 cm (CM 100)……43

IV.2 .3 Extrait du sol des arbres d'olive……..43

IV.2 .4 Extrait du sol des Céréales culture ……..45

IV.2 .5 Extrait du sol des Palmier dattier……46

Conclusion ……...…47

Références Bibliographique ……...48

Introduction

Pesticides est une appellation générique couvrant toutes les substances molécules ou produit formulation qui éliminent organismes nuisibles, qu'ils soient utilisés dans le secteur agricole ou dans d'autres applications.

Les pesticides à usage agricole peuvent être désignés de différentes façons : produits phytosanitaires pour les firmes qui les fabriquent et les vendent, produits phytopharmaceutiques pour la réglementation européenne et produits agropharmaceutiques pour les scientifiques agronomes.

En Algérie l'utilisation des pesticides à usages agricole et de plus en plus fréquente suite à l'augmentation de superficies cultivées. Ainsi prés de 400 substances actives de pesticides dont environ 7000 spécialités y sont commercialisées annuellement **(Bouziani, 2007)** Et constituent des outilles nécessaire voire indispensables pour les agricultures puisqu'ils assurent la rentabilité de la majorité de leur production.

L'agriculture dans la région de Ouargla a connu depuis ces dernières décennies un développement très remarquable, les stimulateurs de croissance et les pesticides de toutes catégories (insecticides, acaricides, fongicides, herbicides…..etc) pour augmenter leurs productions. L'application des pesticides se fait généralement par pulvérisation et ces substances pourraient être à l'origine d'une contamination des sols, des eaux souterraines et les plantes **(Bouziani, 2007).**

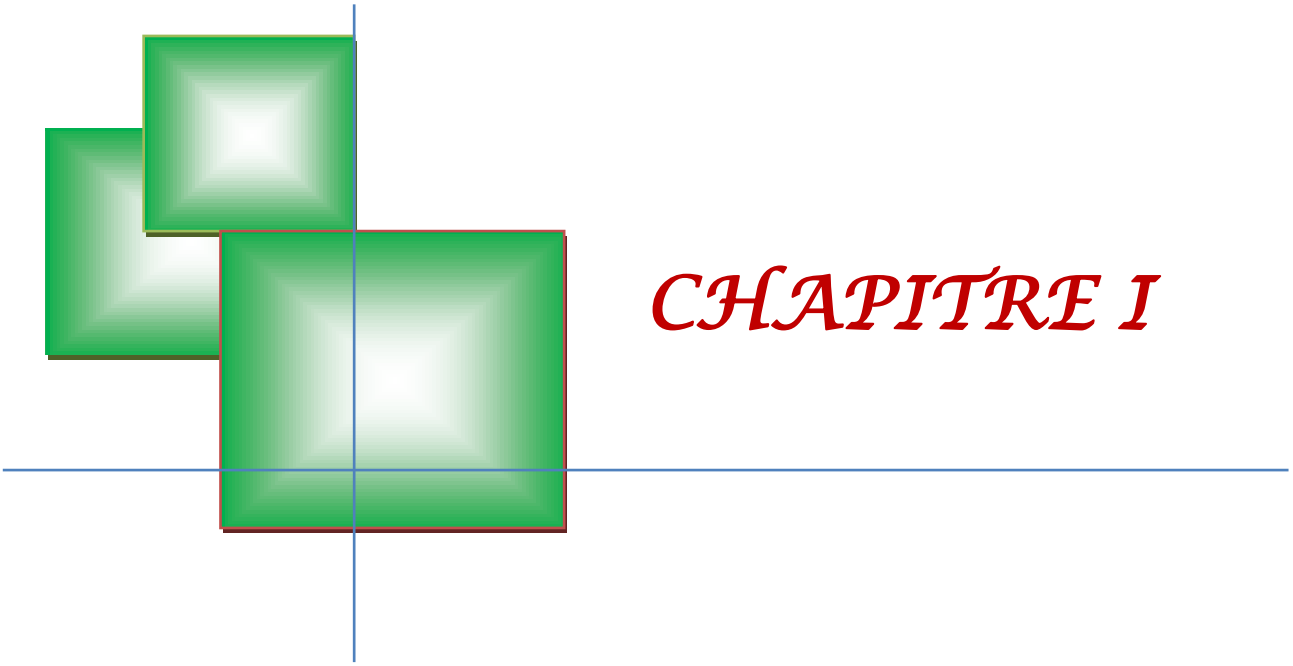
L'objectif de ce travail est extraction des pesticides dans le sol cultuvées da la région de EL Hadjira Pour se faire, notre travail s'articule autour de quatre parties :

-**L**a première partie synthèse bibliographique sur la région étude

-**L**a deuxième partie est une synthèse bibliographique consacrée à la pollution des sols par les pesticides.

-**L**a troisième partie décrit le matériel et les méthodes utilisés.

-**L**a quatrième partie de ce mémoire est consacrée à la présentation des résultats obtenus et leur discussion, suivie par une conclusion.



CHAPITRE I

Généralités sur la région d'étude

La zone d'El-Hadjira est située dans le prolongement du grand bassin de la partie Nord Est du Sahara Algérien. Le climat est aride, avec une pluviométrie moyenne à faible, et une évaporation potentielle très élevée. Les régions des dépressions sahariennes souffrent depuis longtemps d'un excès d'eau, dont l'origine est la remontée des eaux de la nappe phréatique **(DOB, 2010).**

I.1 Situation géographique de la région d'étude

La région El Hadjira est située au Nord de Ouargla (chef-lieu de wilaya). Son territoire s'étend entre les latitudes 32' 25' et 32' 59' Nord et entre les longitudes 5' 20' et 6' 07' Est.

Implantée entre le chef-lieu de wilaya et le chef-lieu de la daïra de Touggourt, respectivement à 140Km et 100Km, elle occupe une superficie de 2429 Km^2.

EL Hadjira est chef-lieu de daïra depuis 1985 et fut fondée en 1960 sous le nom de la commune d'Ouled Sayeh, puis commune d'EL Hadjira en 1963, officialisée par décret 65- 246 du 30 septembre 1965 et maintenue par la réforme administrative de 1974 ; ordonnance 74-69 du 02 juillet 19 **(DOB, 2010).**

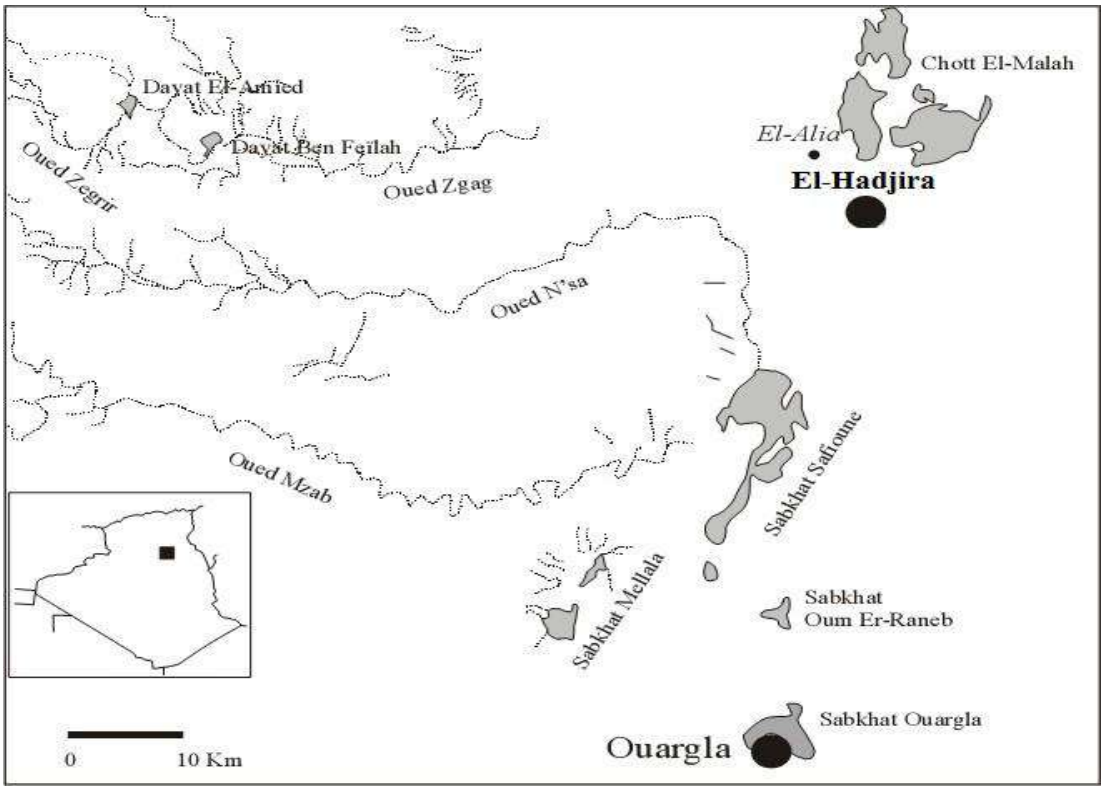


Figure 01 : Situation géographique de la région d'El Hadjira

I.2 Cadre Hydrogéologique de la zone d'étude

Les études géologiques **(CORNET, 1964; BUSSON, 1971; FABRE, 1974)** et hydrogéologiques ont permis de mettre en évidence l'existence de plusieurs réservoirs aquifères d'importance bien distincte de leur constitution lithologique, leur structure géologique et les facilités d'exploitation qu'ils présentent. Ces aquifères sont de haut en bas :

- Nappe phréatique du Quaternaire
- Nappe du Complexe Terminal (sables du Mio-Pliocène, des calcaires de l'Eocène inférieur et de Sénonien)
- Nappe des grés du Continental Intercalaire.

I.2.1 Nappe phréatique

La nappe phréatique ou nappe superficielle contenue dans les alluvions dont la profondeur varie dans l'agglomération entre 0,5 m et 1,5 m par rapport au niveau du sol, mais dans les zones les plus basses, elle se trouve pratiquement en surface. La nappe phréatique est essentiellement alimentée par les précipitations, les crues des oueds, les eaux de drainage de la palmeraie et par les eaux usées. Les nappes les plus importantes de la région d'EL-Hadjira sont celles de l'oued N'sa.

I.2.2 Nappe du Complexe Terminal

Elle est en général peu profonde (100 à 400 mètres), de température peu élevée et de bonne composition chimique sur les bordures et moyenne dans le centre du bassin.

I.2.3 Nappe du Continent a Intercalaire

Elle s'étend sur tout le bassin sédimentaire du Sahara septentrional sur une superficie de 600 000 km2.

Dans la région d'El Hadjira, elle est exploitée entre 1150 m et 1350 m de profondeur.

Les eaux du Continental Intercalaire sont caractérisées par :

- Une température qui dépasse les 60°C sauf aux endroits où l'aquifère est proche de la surface du sol.
- Une charge en H_2S et CO_2 qui lui donne un caractère corrosif.
- La minéralisation de l'eau oscille entre 1 et 2g/l de résidu sec et peut atteindre les 5g/l (GassiTouil).

- L'alimentation de la nappe, relativement faible, se fait par ruissellement à la périphérie du réservoir, tout au long et à l'extrémité des Oueds, qui descendent des monts de l'Atlas saharien, du Dahar tunisien, du plateau de Tademaït et Tinhert et par les pluies exceptionnelles sur les grands ergs.
- L'écoulement des eaux de cette nappe se fait dans la partie occidentale du Nord vers le Sud et dans sa partie orientale de l'Ouest vers l'Est (Tunisie) et du Sud vers le Nord (voire l'étude de ERESS, (1969). il montre que la nappe du complexe terminal se déverse dans le chott par percolation de quantité importante d'eau (de l'ordre 62.34 x 106m3/an)

I.3 Géomorphologie

La morphologie générale de la zone d'EL-Hadjira est subdivisée en quatre unités géomorphologiques :

- Hamada
- Glacis
- Sebkhas
- Dunes

I.3.1 Hamada

C'est un plateau rocheux à topographie très monotone, souvent plate à perte de vue **(MONOD, 1992).LAMINI (2012)** l'a décrit comme étant une formation continentale détritique qui forme un plateau dont l'altitude moyenne est de 200 m.

I.3.2 Glacis

Sur les versants, les glacis s'étagent du plus ancien au plus récent, sur quatre niveaux de 200 à 140 m d'altitude. De 180 à 160 m les glacis situés se caractérisent par des affleurements du substrat gréseux du Mio-Pliocène. L'Est de la cuvette est un vaste glacis alluvial à sable grossier situé à 150 m d'altitude. **(HAMDI AISSA,2009).**

I.3.3 Sebkhas

Elles regroupent des marécages salés et les zones d'épandage (zones inondables), le plus souvent asséchés, occupant le fond d'une dépression. Selon **MONOD (1992)** lorsque les eaux s'évaporent sous l'effet de la chaleur, des plaques de sels divers se déposent en surface formant suivant l'origine de leurs eaux (phréatiques ou superficielles) les chotts et les sebkhas.

I.3.4 Dunes

Elles s'étendent sur toute la surface de la zone sous forme de voiles sableux ou de petits amas de sables piégés dans de petites touffes de végétation, mais particulièrement dans le secteur nord-ouest aux environs **(MONOD, 1992).**

I.4 Etude des paramètres climatiques

I.4.1 Données brutes

Le tableau suivant indique les données climatiques brutes de la région d'Ouargla durant la période (2007-2017).

Tableau 01 : Données climatiques de la région d'Ouargla (O.N.M., 2017)

Paramètre / Mois	T_{max}(°C)	T_{min}(°C)	T_{moy} (°C)	P (mm)	Insolation (heures par mois)	Vent (m/s)	Evap (mm)	H (%)
Janvier	18,95	5,07	12,01	13,06	231,75	2,7	96,19	60,38
Février	20,48	6 ,48	13,14	1,35	239,41	3,1	126,65	52,22
Mars	25 ,66	10,28	19,97	4,4	264,72	3,6	198,07	43,16
Avril	31,22	15	23,11	4,24	282,53	4,2	262,05	36,88
Mai	34,53	19,65	27,09	1,15	288,04	4,2	316,89	32,5
Juin	39,52	24,84	32,67	0,39	291,24	4,3	401,55	27,22
Juillet	39,52	27,86	35,12	0,62	314,03	3,9	453,70	24,88
Août	43,66	27,24	35,45	2,63	309	3,5	416,87	27,72
Septembre	42,85	23,49	33,17	5,77	244,32	3,5	300,72	37,66
Octobre	37,70	17,43	27,56	9,54	246,68	3,1	226,88	45,88
Novembre	31 ,72	10 ,14	20,93	5,46	219,11	2,6	204,93	55,61
Décembre	24,07	5,87	14,97	8,53	186,59	2,5	90,51	60,55

I.4.1.1Température

Le climat thermique du Sahara est relativement uniforme; dès la partie septentrionale, on rencontre des étés brûlants qui ne sont guère plus dure que ceux qui s'observent dans la partie centrale et même soudanaise **(OZENDA, 1991).**La température joue un rôle primordial sur le climat. La température influe sur les autres paramètres météorologiques tels que l'évaporation et le taux d'humidité de l'atmosphère. Il s'agit d'un paramètre essentiel pour le calcul du bilan hydrologique **(CHETTI, 2006 in DOB, 2010).**

I.4.1.2 Précipitation

Selon **DUBIEF (1953) in CHEHMA (2005),** les précipitations ont pratiquement toujours lieu sous forme de pluies. Ces dernières sont caractérisées par leur faible importance quantitative et les pluies torrentielles sont rares.

I.4.1.3 Vents

Le vent est un phénomène très fréquent dans le désert, où il joue un rôle considérable en provoquant une érosion intense grâce aux particules des sables qu'il les transporte. En contrepartie une sédimentation également importante se traduit par la formation de dunes **(OZENDA, 1977).**

Les vents soufflent du Nord- Est et du Sud. Les vents de sable soufflent en principe du Nord et du Sud- Ouest. Le tableau, montre que la vitesse maximale de vent est 4,3 m /s'enregistre au mois de juin, et la minimale est de 2,5 m/s au mois de Décembre.

I.4.1.4 Evaporation

L'évaporation est un phénomène physique qui augmente avec la température, la sécheresse de l'air et son agitation. Dans le Sahara algérien on a pu mesurer une tranche d'eau évaporée annuellement de l'ordre de 3 à 5 mètre environ.

Le tableau montre que l'évaporation est très importante à Ouargla, le maximum est de l'ordre de 453,70 mm enregistré au mois de juillet. Le minimum est marqué au mois de décembre avec 90,51mm.

I.4.1.5 Insolation

Le Sahara recèle une quantité de lumière solaire relativement très forte. Le nombre d'heures annuelles de soleil est de l'ordre de 3000 à 3500 **(OZENDA, 1977).**

Les valeurs de la durée de l'insolation maximum exprimées dans le tableau 1 sont de 314,03 heures en juillet. Le minimum étant de 186,59 heures en décembre.

I.4.1.6 Humidité de l'air

L'humidité relative au Sahara est faible, elle est inférieur à 20 % **(MONOD, 1992),** le tableau, donne les valeurs d'humidité relative moyenne, observées en 10 ans d'observation (2007-2017).

I.4.2 Synthèse climatique

Du fait que les éléments climatiques n'agissent jamais indépendamment les uns des autres, les nombreux utilisateurs, notamment les écologues et les climatologues, ont cherché à présenter le climat par des formules intégrant ses principales variables. Les formules les plus utilisées combinent les précipitations et la température.

I.4.2.1 Diagramme ombrothermique de Gaussen

Pour Gaussen un mois est « sec » si le quotient des précipitations mensuelles « P » exprimé en (mm), par la température moyenne « T » exprimé en (°C) est inférieur à deux (02). La représentation sur un même graphique de la température et des précipitations moyennes mensuelles, avec en abscisse les mois, permet d'obtenir le diagramme Ombrothermique qui mettant immédiatement en évidence les saisons sèches et les saisons pluvieuses **(GERARD, 1999).**

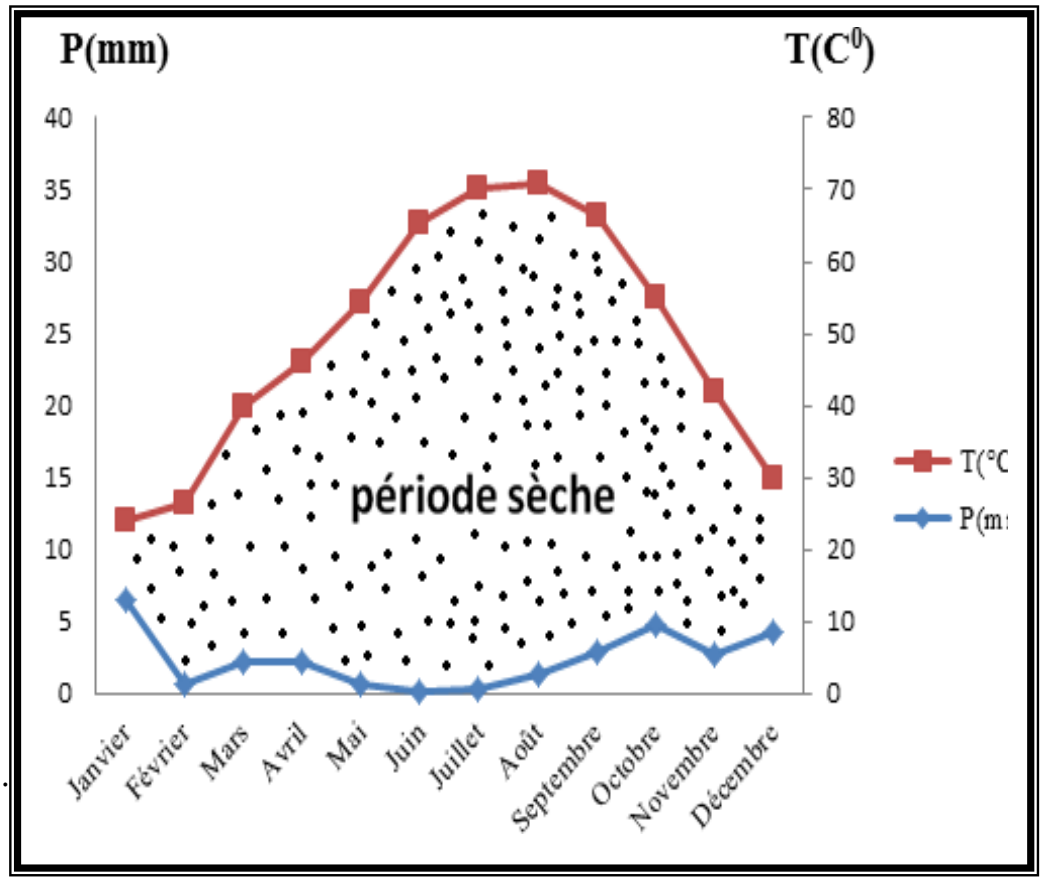


Figure 02 : Diagramme Ombrothérmique de la région d'Ouargla (2007-2017)

I.4.2.2 Climagramme d'Emberger

Le quotient pluviométrique d'Emberger (Q_3) élaboré en 1990 est spécifique au climat méditerranéen, il tient compte des précipitations et des températures, et nous révélé l'étage bioclimatique.

La formule établit par **STEWART (1969)** est comme suit :

$$Q_3 = 3{,}43 \frac{P}{M - m}$$

Avec :

Q_3 : Le quotient pluviométrique d'Emberger.
P : la pluviométrie annuelle en mm
M : la température maximale moyenne du mois le plus chaud en °C.
m : la température minimale moyenne du mois le plus froid en °C.

Après l'emplacement de Q_3 = sur le Climagramme pluviométrique d'Emberger, (Figure 3), EL-Hadjira est située dans l'étage bioclimatique saharien à hiver doux ; mais aussi, la faible altitude tend encore à accentuer les conditions xériques des chotts.

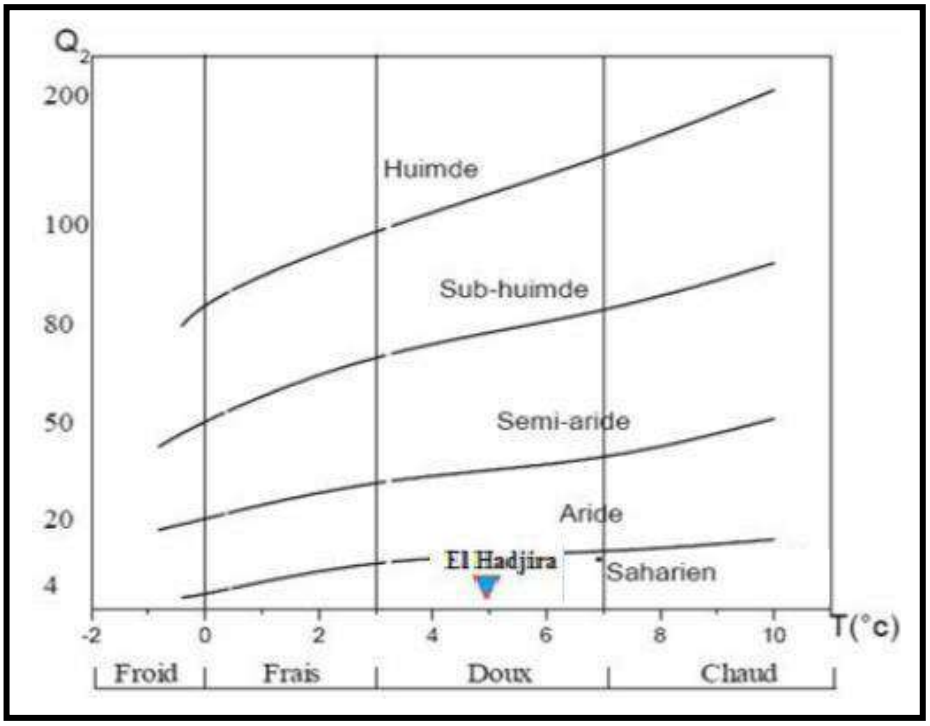


Figure 03 : Localisation de la région d'El Hadjira sur le Climagramme d'Emberger

I.4.2.3- Indice d'aridité de Demartone

La formule est donnée comme suit :

$$I = P/T + 10$$ ……. DEMARTONE, 1925

Avec :

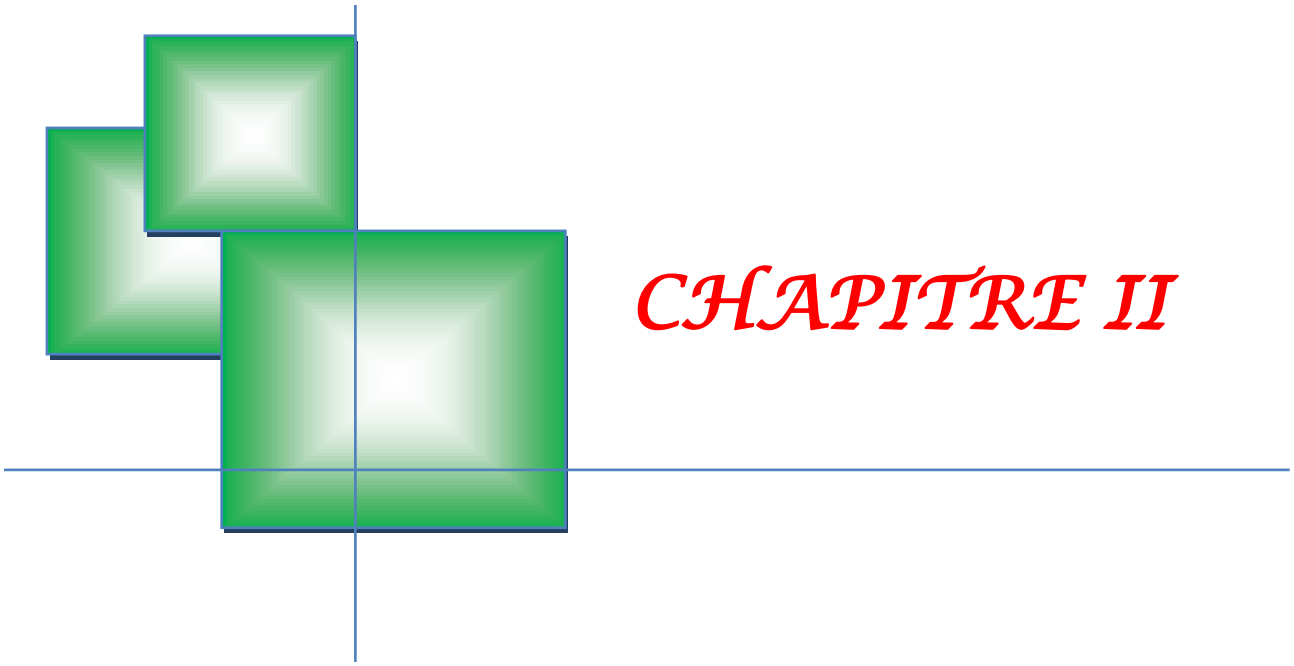
P : la pluviométrie annuelle moyenne en (mm)

T : la température moyenne annuelle en (°C)
10 : chiffre ajouté afin de ne pas avoir un indice négatif.
Le classement des régions se fait selon les limites suivantes :

Tableau 02 : Indice d'aridité de De Martonne

	Ia<10	**10<Ia<20**	**25< Ia35**	**Ia<35**
Climat	Aride	Semi-aride	Sub humide	Humide

Pour la période considérée (2007-2017), l'indice d'aridité de Demartone d'Ouargla est de 0.19 traduisant un climat aride. Selon HAMDI AISSA, (2004)



CHAPITRE II

GENERALITES SUR LES PESTICIDES

Introduction

Les pesticides ont été appliqués de manière préventive afin de repousser ou d'atténuer les effets des organismes nuisibles.

Bien que la plupart d'entre eux aient été interdits dans de nombreux pays en raison d'effets mutagènes et cancérigènes, les pesticides et leurs métabolites sont toujours présents dans l'environnement, en particulier dans les sols et les sédiments, en raison de leur persistance et leurs propriétés lipophiles **(TOR et *al*., 2006)**

Des effets secondaires indésirables peuvent alors se produire sur certaines espèces, sur les communautés ou sur l'écosystème **(HAYO et *al*.,1996)**

Le lessivage des pesticides dans le sol et le transport des matières actives par le vent dans les zones parfois même inaccessibles en sont des exemples concrets et très inquiétants , Leur degré de concentration reste fonction des conditions physico-chimiques et topographiques du terrain, ainsi que d'autres considérations telles que la nature et la composition du sol et le climat **(SEBIH, 2008)**

Dans une étude portant sur l'évaluation du degré de pollution de 23 échantillons des eaux superficielles et souterraines, on soulignait que 50 % des eaux analysées contenaient de l'atrazine et indiquait la présence d'autres pesticides (lindane, alachlore, dinoterbe…) à des fréquences moins importantes **(OUELD KANKOU, 2007)**

II.1. Définition des Pesticides

Un pesticide est une substance sensée prévenir, détruire, repousser ou contrôler **(M.NAHIDA ,2012):**

- tout ravageur animal
- toute maladie causée par des microorganismes
- les mauvaises herbes.

Leur action peut se faire par:

- le contact
- Ingestion
- Autres sortes d'expositions effectives pendant les phases de croissance **(BOLAND et al., 2004)**

II.2. Classification des Pesticides

En général les substances actives sont classées en fonction de **(CALVET, 2005) :**

- la nature de l'espèce à combattre (premier système de classification),
- la nature chimique de la principale substance active (deuxième système de classification).

II.2.1. Premier système de classification

Il repose sur le type de parasites à contrôler. Il existe principalement trois grandes familles d'activités **(EL MRABET,2006)**

- ✓ ***Les Herbicides:***

Ce sont les plus utilisés dans le monde en tonnage et en surface ; ils permettent d'éliminer les mauvaises herbes des cultures.

- ✓ **Les *Insecticides*:**

Ce sont les premiers pesticides utilisés et les plus utilisés en Algérie. Ils sont destinés à détruire les insectes nuisibles.

- ✓ **Les *Fongicides*:**

Ils permettent de lutter contre les maladies cryptogamiques qui causent de graves dommages aux végétaux cultivés. Ils combattent la prolifération des champignons pathogènes **(MARGOUM, 2010)**

Outre, ces trois grandes familles, d'autres peuvent être citées en exemple **:**

- les ***taupicides*** contre les taupes
- les ***acaricides*** contre les acariens
- les ***rodenticides*** contre les rongeurs
- les ***nématicides*** contre les nématodes et les vers
- les ***molluscicides*** contre les mollusques, limaces et escargots
- les ***corvicides*** contre les corbeaux et tous les oiseaux ravageurs de cultures.

Tableau 3. Historique de l'évolution des trois plus grandes classes des Pesticides de 1900 à 2000. (EL MRABET,2006)

	HERBICIDES	FONGICIDES	INSECTICIDES
Avant 1900	Sulfate de cuivre Sulfate de fer	Soufre Sels de cuivre	Nicotine
1900 - 1920	Acide sulfurique		Sels d'arsenic
1920 - 1940	Colorants nitrés		
1940 - 1950	Phytohormones…		Organochlorés Organophosphorés
1950 - 1960	Triazines, urées	Dithiocarbamatesphtalimides	carbamates
1960 - 1970	Dipyridyles, toluidines…	benzimidazoles	
1970 - 1980	Amino-phophonatesPropionates…	TriazolesDicarboximidesAmides, phosphites morholines	Pyréthrinoïdes Benzoyl-urées (régulateurs de croissance)
1980 - 1990	Sulfonyl urées…		
1990 - 2000		Phenylpyrrolesstrobilurines	

II.2.2 Deuxième système de classification

Le classement se fait en fonction de la nature chimique de la substance active.

On distingue :

- ***Les Pesticides Organiques***
  - organochlorés
  - organophosphorés
  - carbamates
  - triazines
  - urées substituées
  - pyréthrénoides

- ***Les Pesticides Inorganiques*:**

En général ce sont des éléments chimiques qui ne se dégradent pas. Leur utilisation entraine souvent de graves effets toxicologiques sur l'environnement par accumulation dans les sols. Le plomb, l'arsenic et le mercure sont fort toxiques **(BOLAND ,2004)**

- ***Les Biopesticides***:

Ce sont des substances dérivées de plantes ou d'animaux.

Elles peuvent être constituées d'organismes tels que les :

- moisissures
- bactéries
- virus
- nématodes
- composés chimiques dérivés des plantes
- phéromones d'insectes.

La présence de certains groupements fonctionnels et/ou atomes confère aux pesticides certaines propriétés physico-chimiques (ionisation, hydrophobie, solubilité, persistance).

Par exemple :

-le groupement donneur ou accepteur de proton d'un pesticide est susceptible de s'ioniser.

-Un pesticide comprenant des atomes de chlore est généralement récalcitrant à la dégradation.

Toutefois, il est important de souligner que la connaissance de la famille chimique à laquelle un pesticide appartient ne suffit pas à elle seule à la définition de ses propriétés ni à la prédiction de son comportement dans l'environnement **(CALVET, 2005)**

II.3 Conception des pesticides

Un pesticide est composé d'un ensemble de molécules comprenant **(NAHIDA, *2012*)**

-***une ou plusieurs matières actives*** auxquelles est dû tout ou en partie l'effet toxique.

-***un diluant*** qui est une matière solide ou liquide (solvant) incorporée à une préparation et destinée à en abaisser la concentration en matière active. Ce sont le plus souvent des huiles végétales dans le cas des liquides, de l'argile ou du talc dans le cas des solides.

-***des adjuvants*** qui sont des substances dépourvues d'activité biologique, mais susceptibles de modifier les qualités du pesticide et d'en faciliter l'utilisation.

II.4 Persistance des Pesticides :

La persistance est la durée nécessaire à la dégradation de 50% du produit. Elle est estimée dans les eaux, à une dizaine d'années pour le dichloro-diphenyl-trichloroéthane (DDT) et plus de vingt ans pour la Dieldrine. (Tableau 4) : **(ZEBOUDJI , 2005)**

Tableau 4. Persistance de quelques pesticides dans les eaux de rivière (ZEBOUDJI, 2005)

Composé	Semaine1 (%)	Semaine 2 (%)	Semaine 3 (%)	Semaine 4 (%)	Semaine 5 (%)
Lindane	100	100	100	100	100
Heptachlor	100	25	00	00	00
Aldrine	100	100	80	40	20
Endosuilfan	100	30	05	00	00
Dieldrine	100	100	100	100	100
DDT	100	100	100	100	100
DDE	100	100	100	100	100
Chlordane	100	86	86	86	86

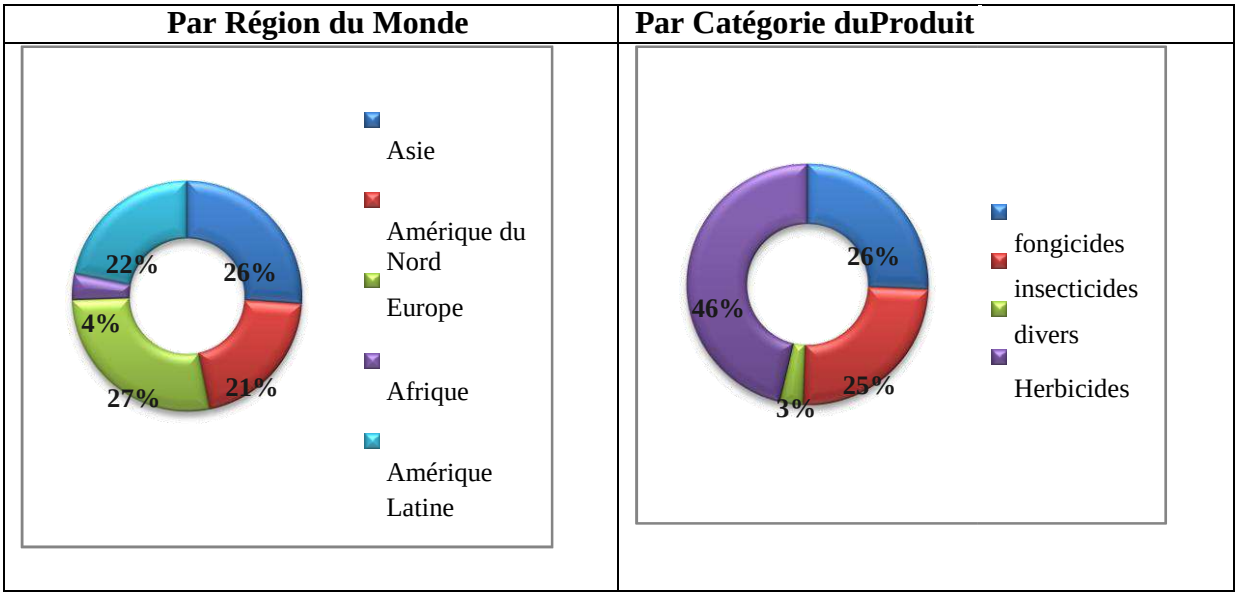


Figure 4 . Utilisation des pesticides dans le monde (Union des Industries de la Protection des Plantesin SAIBI, 2008)

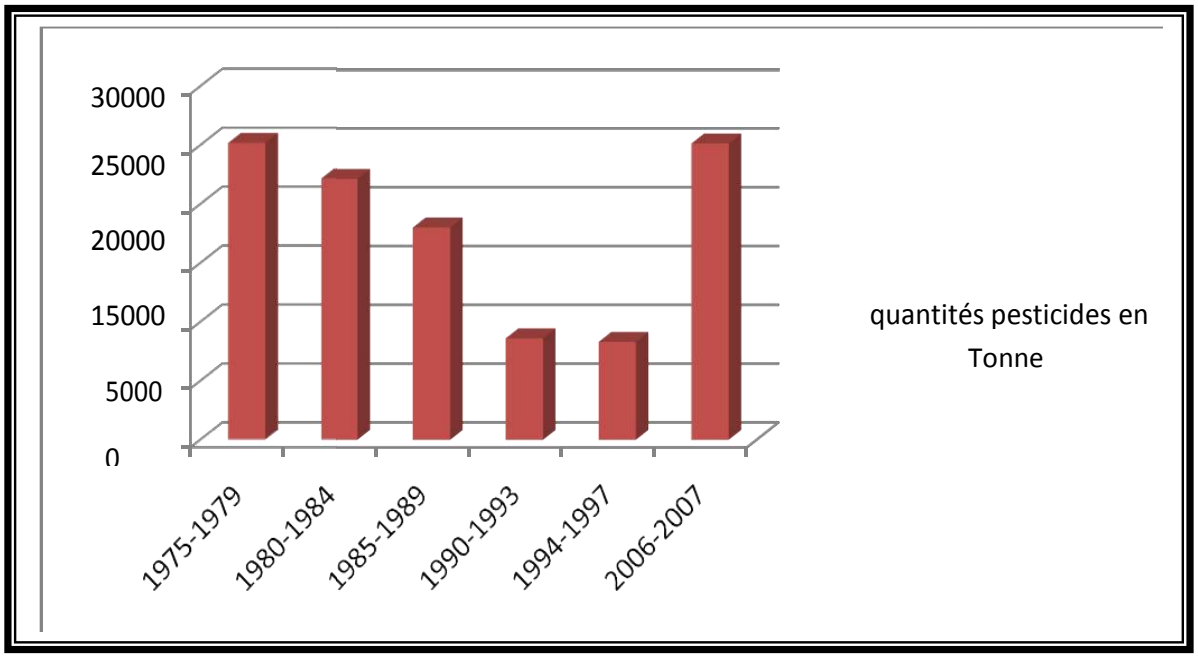


Figure 5. Quantité des pesticides importés en Algérie en tonnes de 1975 à 2007

II.5 Réglementation

Le contrôle des produits phytosanitaires s'est établi peu à peu en fonction de la politique de développement prôné par le pays et par la disponibilité des moyens.

En Algérie, ce contrôle a connu une évolution dans le temps. La promulgation de la loi n° 87-17 du 01.08.1987 relative à la protection phytosanitaire a permis d'édicter les mesures relatives à la fabrication, l'étiquetage, l'entreposage, la distribution, la commercialisation et l'utilisation des produits phytosanitaires à usage agricole. Au terme de la loi, aucun produit phytosanitaire ne peut être commercialisé, importé ou fabriqué s'il n'a pas fait l'objet d'une homologation.

L'homologation des produits phytosanitaires a été instituée en Algérie par les décrets exécutifs suivants qui fixent les mesures applicables lors de l'importation et l'exportation des produits phytosanitaires à usage agricole **(NAHIDA ,*2012*)**

- n° 95-405 du 02 décembre 1995.
- n° 10-69 du 31 janvier 2010.
- Journal officiel de la république algérienne n09 18 safar 1431 3 février2010

II.6 Comportement des pesticides dans les sols et leurs limites

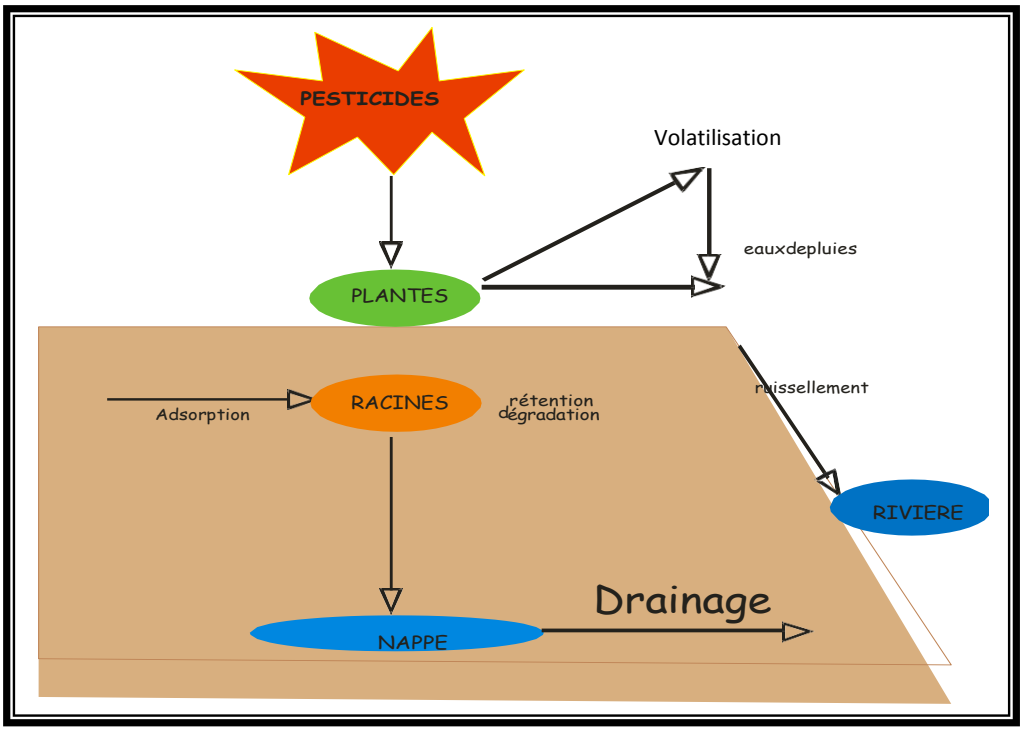


Figure 6. Comportement des pesticides dans le sol

La démarche d'évaluation des risques environnementaux repose largement sur la connaissance du comportement des pesticides dans les compartiments sol, eau, air et en particulier le comportement dans le sol **(BARRIUSO. , 2004)**

Il faut souligner le rôle capital des processus d'adsorption et de dégradation dans le sol qui va conditionner les processus de dispersion, en particulier le ruissèlement et la lixiviation.

La prise en compte de ces phénomènes pour l'estimation des risques se trouve confrontée à certains verrous **(BARRIUSO,2004).**

Deux types d'adsorption sont distingués : l'adsorption physique et chimique.

-L'adsorption physique est due à des interactions électrostatiques de faible énergie régies par des forces de Van der Waals. Ces dernières sont impliquées dans la rétention d'un grand nombre de molécules organiques. L'adsorption physique est assurée par des interactions polaires et hydrophobes. Les interactions polaires mettent en jeu les régions polaires des surfaces minérales et organiques et les groupements fonctionnels polaires des pesticides. Les interactions hydrophobes, quant à elles, impliquent des interactions de type dipôle induit/ dipôle induit (forces de London).

Ce type d'interaction est impliqué dans la rétention des pesticides peu ou pas polaires à caractère hydrophobe tels que les insecticides organochlorés. La liaison hydrogène joue un rôle important dans la rétention de nombreux pesticides polaires non ioniques comme les urées substituées et les phénylcarbamates (**CALVET ,2005).**

- ***L'adsorption chimique*** est due à la formation de liaisons chimiques entre un pesticide et les surfaces adsorbants. Cette dernière, contrairement à l'adsorption physique, met en jeu des énergies de liaison importantes. Parmi ces liaisons, citons la liaison ionique et la liaison de coordination. La liaison de coordination peut par exemple avoir lieu avec les argiles quand le cation compensateur à la surface des minéraux argileux est un cation métallique. Ce dernier peut interagir avec les pesticides pour former des complexes de surface. La liaison ionique concerne les pesticides chargés (cationiques et anioniques) qui s'adsorbent sur les surfaces du sol chargées négativement ou positivement **(CALVET 2005)**

Concernant la ***dégradation***, les substances introduites dans le sol sont dégradées par des processus biologiques ou chimiques conduisant à la formation de métabolites.

Le stade ultime de la dégradation est la minéralisation avec transformation des structures carbonées en CO_2

Au cours des processus de transformations, la formation d'une fraction non extractible par des solvants ne dénaturant pas les composés est généralement observée ; cette fraction est appelée « résidu liés ». Dans certains cas, les métabolites peuvent être plus toxiques et/ou persistants que le pesticide lui-même. Dans la plupart des cas, la nature de ces métabolites est inconnue.

Les principaux facteurs qui déterminent la dégradation sont :

- la **structure chimique** de la substance active d'une part
- la **nature du sol** d'autre part.

Le sol conditionne la disponibilité des substances et donc indirectement la vitesse de dégradation. Un paramètre capital est certainement l'activité microbiologique du sol. La température et l'humidité du sol influencent directement l'activité microbienne, et donc la vitesse de dégradation.

La ***lixiviation*** est l'entrainement des solutés par l'eau qui s'infiltre dans le sol c'est essentiellement un phénomène de convection (entraînement avec le mouvement du l'eau) ralenti par l'adsorption. Elle dépend :

- des propriétés du sol (adsorption et persistance dans le sol)
- des caractéristiques du sol (texture et structure, matières organiques et pH qui conditionnel' adsorption)
- des conditions climatiques. Le risque de contamination des eaux souterraines est plus élevé pour les substances peu adsorbées (très mobile).

Le ***ruissellement*** est l'un des processus majeurs des transferts de surface. Les écoulements latéraux sous la surface du sol, du fait d'une rupture de perméabilité à faible profondeur ou du fait d'un drainage agricole, peuvent être considérés comme des transferts de surface. Les pertes par ruissellement peuvent atteindre 20 % **(BARRIUSSO, 2005).**

II.7 Facteurs déterminants des pesticides :

II.7.1 Facteurs liés aux propriétés du sol :

II.7.1.1 La matière organique :

La matière organique est souvent décrite comme le constituant majoritairement responsable de la rétention des pesticides par les sols. Ce rôle prépondérant est surtout observé dans le cas des pesticides non ionisés

Par ailleurs, un sol ayant subi une destruction partielle de sa matière organique, voit sa capacité de rétention décroître par rapport à celle du même sol ayant conservé sa teneur initiale en carbone organique (**CLAUSEN, 2004)**

II.7.1.2 Les argile :

Dans le cas des pesticides polaires et ionisés et dans les sols à faible teneur en MO le rôle des argiles peut devenir important, voire dominer le processus d'adsorption **(THORSTENSEN, 2001).**

En revanche, pour les pesticides non polaires, la contribution des argiles est moins importante. Ceci est dû à la présence de molécules d'eau beaucoup plus polaires, qui ont donc une grande affinité pour les sites d'adsorption des surfaces argileuses.

II.7.1.3 Le pH :

D'une manière générale, une diminution des quantités retenues de pesticides ionisables est observée quand le pH augmente. Ainsi, pour les pesticides à caractère acide, leur dissociation en anions avec l'augmentation du pH résulte en une réduction de leur rétention par les sols **(NAHIDA ,*2012*)**

II.7.1.4 Autres facteurs :

Les ***Oxydes de fer*** et d'***aluminium*** qui retiennent de façon significative les pesticides polaires et ionisés, mais très faiblement les molécules non **ionisées (CELISC. 1997)**

Les ***cations métalliques*** dans le sol peuvent influencer la rétention des pesticides

D'autres facteurs pédoclimatiques, comme l'état d'humidité du sol, peuvent influencer de différentes manières l'adsorption des produits phytosanitaires

La température : lorsque la température augmente, le pesticide devient plus soluble et il est par conséquent moins retenu par le sol **(NAHIDA ,*2012*)**

II.7.2 Facteurs liés aux propriétés des pesticides :

La structure moléculaire du pesticide joue un rôle important dans la détermination de sa réactivité chimique et de ses interactions avec les surfaces adsorbants du sol.

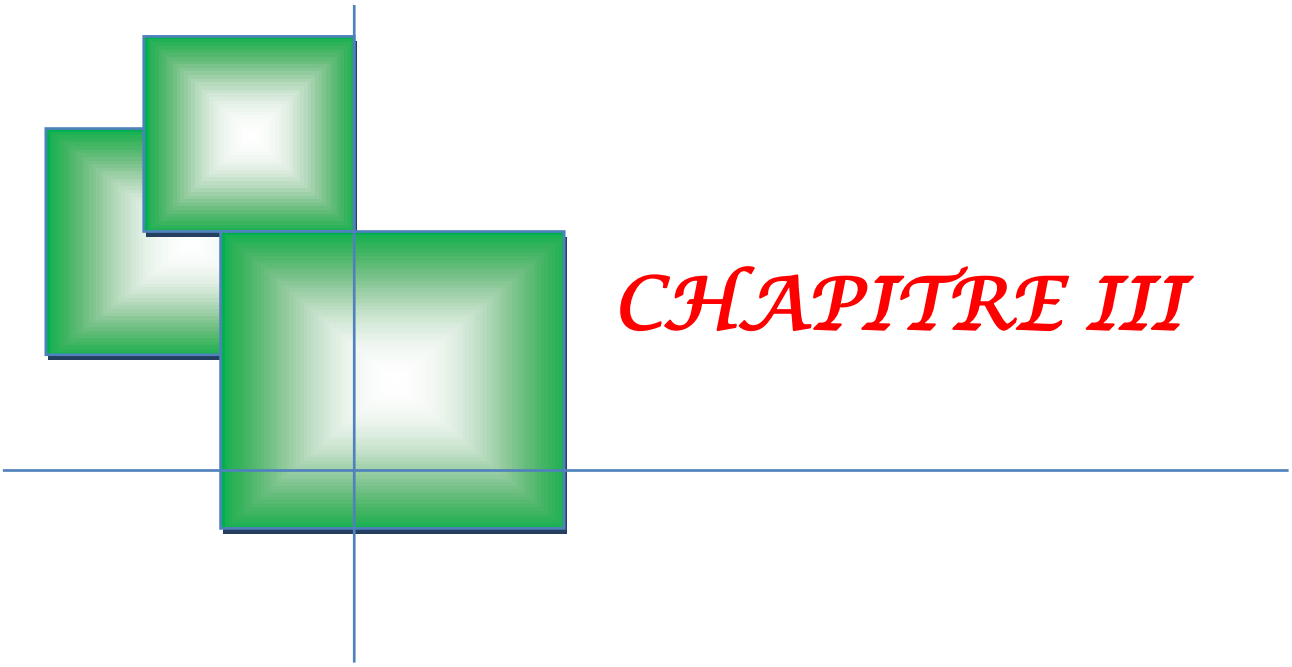
La présence de groupements chimiques fonctionnels donnés se traduit par des propriétés comme l'ionisation, la polarité ou encore la solubilité. Le caractère hydrophobe, lui, est conditionné par la présence de groupements aliphatiques et aromatiques **(CALVET, 2005)**

L'ionisation des pesticides est un facteur important car elle détermine la charge portée par les molécules. De façon générale, la plupart des sols présentent une affinité plus grande pour les pesticides cationiques que pour les pesticides anioniques, étant donné que les surfaces adsorbants (argiles et MO) sont généralement chargées négativement **(CALVET ,2005).**

En plus du caractère ionique, deux caractéristiques d'un pesticide sont généralement corrélées à son adsorption par le sol :

- la **solubilité dans l'eau (Sw)**
- le **coefficient de partage octanol/eau (Kow)** qui traduit le caractère hydrophobe ou hydrophile de la molécule**. (NAHIDA ,*2012*)**

- De nombreuses études visent, à des fins prédictives, à établir des relations entre la capacité de rétention du sol et ces deux caractéristiques. Il a été montré que l'adsorption des pesticides non polaires est une fonction croissante de Kow et décroissante de Sw ; autrement dit, plus le pesticide est hydrophobe plus il est retenu par le sol, et plus il est soluble moins il est adsorbé **(NAHIDA,*2012*)**



CHAPITRE III

Matériels et méthodes

III.1 .Approche méthodologique :

Le but de notre travail L'extraction des pesticides dans un sol cultivé d'une exploitation agricole polyculture dans la région d'EL-Hadjira. Pour cela, nous avons suivi la démarche ci-dessous

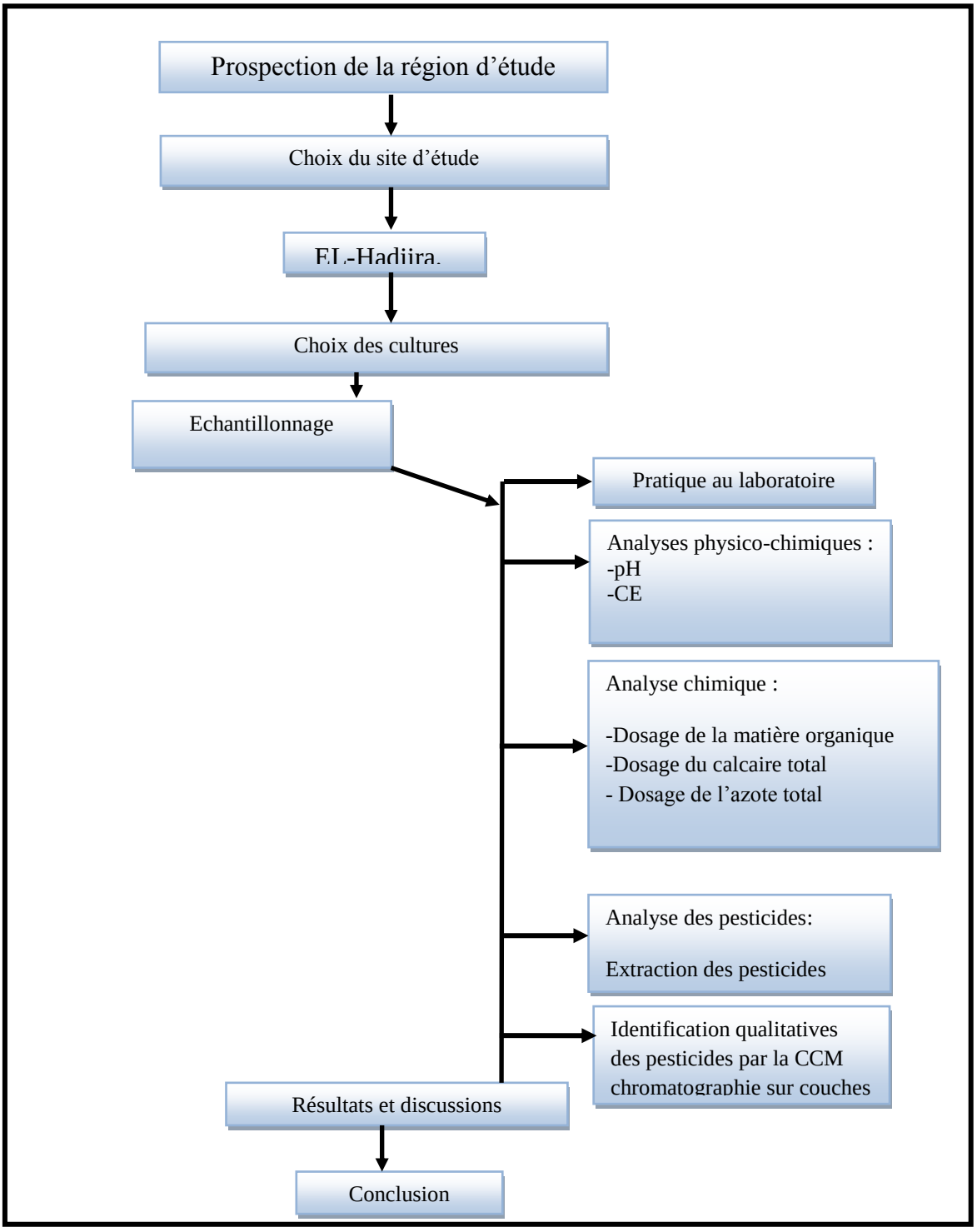


Figure7 : Démarche méthodologique

III.2 Echantillonnage :

Photo n° 01 satellitaire des zones étude

III .2 .1 Echantillonnage de sol :

L'échantillonnage a été effectué le 10/12/2017 dans une exploitation agricole à EL-Hadjira. (DASE) **(Photo n° 01),** où ont été prélevés en quatre points des échantillons de sol à différents niveaux (profondeurs de 20 cm 40 cm et 60 cm) et sous différentes culture (cultures maraichères, céréalières, palmier dattier et arbre d'olive),. Il est à noter que la température ambiante était entre 17 et 25 C°. L'échantillon est par la suite transféré immédiatement au laboratoire en attendant les analyses.

Au laboratoire, cet échantillon est tamisé à 5 mm pour éliminer les éléments grossiers et les débris organiques, puis à 2 mm pour récupérer la terre fine soumise aux différentes analyses physico-chimiques

Photo N° 02 : Site d'échantillonnage

III .2 .2 Echantillonnage des pesticides :

Dans le deuxième sortie, nous avons examiné les types des pesticides utilisés dans la ferme et prélevé des échantillons de chaque type pour les utiliser dans des expériences de laboratoire. Et identifiés sur chaque type de pesticide .

Photos N° 03 :'un groupe des pesticides utilisés dans la DASE

III .2 .2 Identification des pesticides utilisés

Tableau 5 : Tableau des pesticides utilisés au niveau de la DASE

Insecticides			
Nom commercial	**Matière active**	**Concentration**	**Dose d'emploi**
1Abactin/ medamec/ abaméctine	Abaméctine	18 g/	50-75ml/ hl
7Dicofol	Dicofol 480EC	480g/l	200- 250ml/hl
6 Cyperméthrine 25/ Cyper As 25	Cyperméthrine	271 g/l	12-20 ml/hl
4 Agrinate/ lannate 25/méthomyl	Méthomyl (25%)	25%	120-150 g/hl ou 200-250 ml/h
5Tiodanate	Endosulfan	22,5+30%	30-40 g/hl
1Trimol	imidaclopride	200g/l d'imidaclopride	0,5 l/ha dans 1000litres d'eau
2 CORAGEN 20 SC	Chlorantraniliprole	200 G/L	150 ml/Ha
Fongicides			
5Filex	Propamocarbeh ydrochlorure	722 g/l	250 ml/hl
Himexate	Himexate 30% SL	30%	30-60 g/hl
Somed	Métalaxyl : 8% Mancozèbe: 64%	8+65%	250- 300g/hl
3Prosaro	Tébuconazole	125 g/l	/
12Score	Score®250 EC difénoconazole	250 g/l	/

III.3 Méthode d'approche au laboratoire :

Dans le laboratoire, les échantillons des sols sont séchés à l'air libre et tamisés à 2mm. L'ensemble des analyses chimiques et physico-chimiques ont été faites aux laboratoires:

- Laboratoire de pédagogique de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université de Ouargla :

- Laboratoire de génie de procédé

- Laboratoire de géologie de Sahara

III.3.1 Analyses physico-chimiques, chimiques

Ces analyses ont porté sur :

III.3.1.1 Teneur en eau (humidité)

Nous avons procédé à la détermination de la teneur pondérale en eau du sol par la méthode gravimétrique qui consiste à dessécher l'échantillon du sol à 105°C pendant 24heures.

La perte de poids après séchage est égale à la teneur d'eau du sol. Les valeurs obtenues peuvent être exprimées en pourcentage par rapport au poids de l'échantillon sec ou humide **(ITA, 1975).**

$$\% \text{ Humidité du sol} = \frac{(masse\ humide) - (masse\ \text{sèche})}{X\ 100 \atop \text{Masse sèche}}$$

III.3.1.2 Potentiel hydrogène (pH)

Selon **AFNOR (1999)** ; **SOLTNER (2005),** la mesure du pH s'effectue au pH mètre sur une suspension de terre fine, le rapport masse/volume étant en général de 1 / 5.

III.3.1.3 Conductivité électrique (CE)

La conductivité électrique est mesurée à l'aide d'un conductimètre sur l'extrait de sol dilué au 1/5. Elle est exprimée en déci siemens par mètre (dS/m) **(BAIZE, 2000).**

III.3.1.4 Matière organique

Le carbone organique de l'échantillon de sol est oxydé par le bichromate de potassium en milieu sulfurique. Le bichromate doit être en excès, la quantité réduite est en principe proportionnelle à la teneur en carbone organique.

$$2\ Cr_2O_7^- + 3C + 16\ H^+ \longrightarrow 3CO_3 + 4\ Cr^{+++} + H_2O$$

L'excès de bichromate de potassium est titré par une solution de sel de Mohr, en présence de diphénylamine dont la couleur passe du bleu foncé au bleu vert **(AUBERT, 1978).**

$$(Cr_2O_7)\text{-}^2 + 14\ H^+ + 6\ Fe^{+2} \text{–>} 2\ Cr^{+3} + 7\ H_2O + 6\ Fe^{+3}$$

Le taux de matière organique étant obtenu par la formule :

Matière organique = carbone organique (%) × 1,72

III.3.1.5 Le calcaire total

Le dosage du calcaire total est réalisé par la méthode acidimétrique grâce au calcimètre Bernard. En se basant sur la propriété du carbonate de calcium de se décomposer sous l'action d'un acide, en eau et en gaz carbonique, ce dernier est recueilli, dans un tube gradué en millilitres **(AUBERT, 1978).**

III.3.1.6 L'azote total

L'azote total est dosé par la méthode de Kjeldahl ou transforme l'azote des composés organiques en azote ammoniacal par l'acide sulfurique concentré (H2SO4) à l'ébullition qui agit comme oxydant et détenait la matière organique, le carbone et l'hydrogène se dégagent à l'état de gaz carbonique et l'eau ,l'azote transformé en ammoniaque et fixé par l'acide sulfurique à l'état se sulfate d'ammonium, puis l'ammoniaque est distillée dans une solution d'acide basique ,on titre une solution d'acide sulfurique à 0 ,05 N

III.3.2 Extraction des pesticides

La description du devenir des pesticides et de leurs produits de dégradation dans l'environnement nécessite leur identification et leur dosage dans les sols et les eaux. A cette fin, il faut mettre tout un ensemble de techniques qui permettent d'obtenir les informations

recherchées à partir d'échantillons prélevés dans les divers milieux où les pesticides peuvent être présents **(CALVET .2005)**

L'analyse des pesticides comprend quatre étapes :

- L'échantillonnage
- Le stockage
- L'extraction
- Analyse qualitative : L'identification sur CCM.

III.3.2.1 l'échantillonnage

Cette opération est d'une importance capitale étant donné les variabilités spatiales et temporelles des milieux naturels, tant que pour les eaux et pour les sols. La signification des résultats des analyses chimiques et leur utilisation dépendent beaucoup au point que des dosages corrects effectués à la suite d'un mauvais échantillonnage sont dénués de tout intérêt. Les concentrations des pesticides dans les sols sont en général très petites, la conséquence est qu'il faut apporter un soin particulier au prélèvement des échantillons pour éviter des pertes de pesticides et leurs contaminations par d'autres composés **(CALVET 2005)**

.III3.2.2 Le stockage

- les échantillons doivent être stockés à une température donnée le plus tôt possible après le prélèvement afin d'éviter toute dégradation.
- Le stockage doit être réalisé dans des récipients inertes, le verre et le téflon sont souvent utilisés.
- Les échantillons doivent être conservés a l'abri de la lumière.
- La durée du stockage doit être la plus courte possible. **(CALVET 2005)**

III.3.2.3 L'extraction

L'extraction d'un composé d'un échantillon se compose de plusieurs étapes :

- la solvatation du composé par le solvant d'extraction
- la désorption de la surface de la matrice
- et, enfin, le transport du composé dans le liquide d'extraction.

Chacune de ces étapes est d'une grande importance lorsque l'analyste cherche à la conception d'un protocole expérimental pour l'extraction de pesticides du sol **(K.EL MRABET, *thèse de doctorat* .Paris(2006)**

Il est nécessaire de tenir compte des éléments suivants :

- les molécules doivent être extraites de leur matrice.
- les pesticides sont à l'état de traces : il faut donc les concentrer.
- un grand nombre de pesticides ont un caractère hydrophobe et sont capables de s'accumuler sur des supports organiques, ou sur des oxydes minéraux métalliques, ce qui soustrait une partie des produits à analyser **(DEAN *J.* 1996)**
- a les produits de dégradation des pesticides sont innombrables ;il est donc extrêmement difficile de les évaluer.

II.3.2.3.1.L'extraction solide liquide au Soxhlet (SXE)

- Le Soxhlet permet le traitement des solides de toutes tailles avec des solvants en phase liquide. Cette technique permet des rendements satisfaisants. Il est, en effet maintenant largement acceptée comme une technique fiable pour la détermination quantitative de composés organiques volatils, des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et certains composés organométalliques dans des échantillons d'eau

- La matrice solide est introduite dans une cartouche de cellulose fixée sur un réservoir de solvant qui est surmonté d'un réfrigérant. Le solvant chauffé est vaporisé puis condensé au niveau du réservoir et reste en contact avec le solide, quand le volume du solvant condensé du réservoir atteint un certain niveau, le solvant repart dans le chauffe ballon par phénomène de siphon pour être à nouveau décondensé tout en entrainant les composés d'intérêt dans le ballon où ils seront concentrés après plusieurs cycles d'extraction.

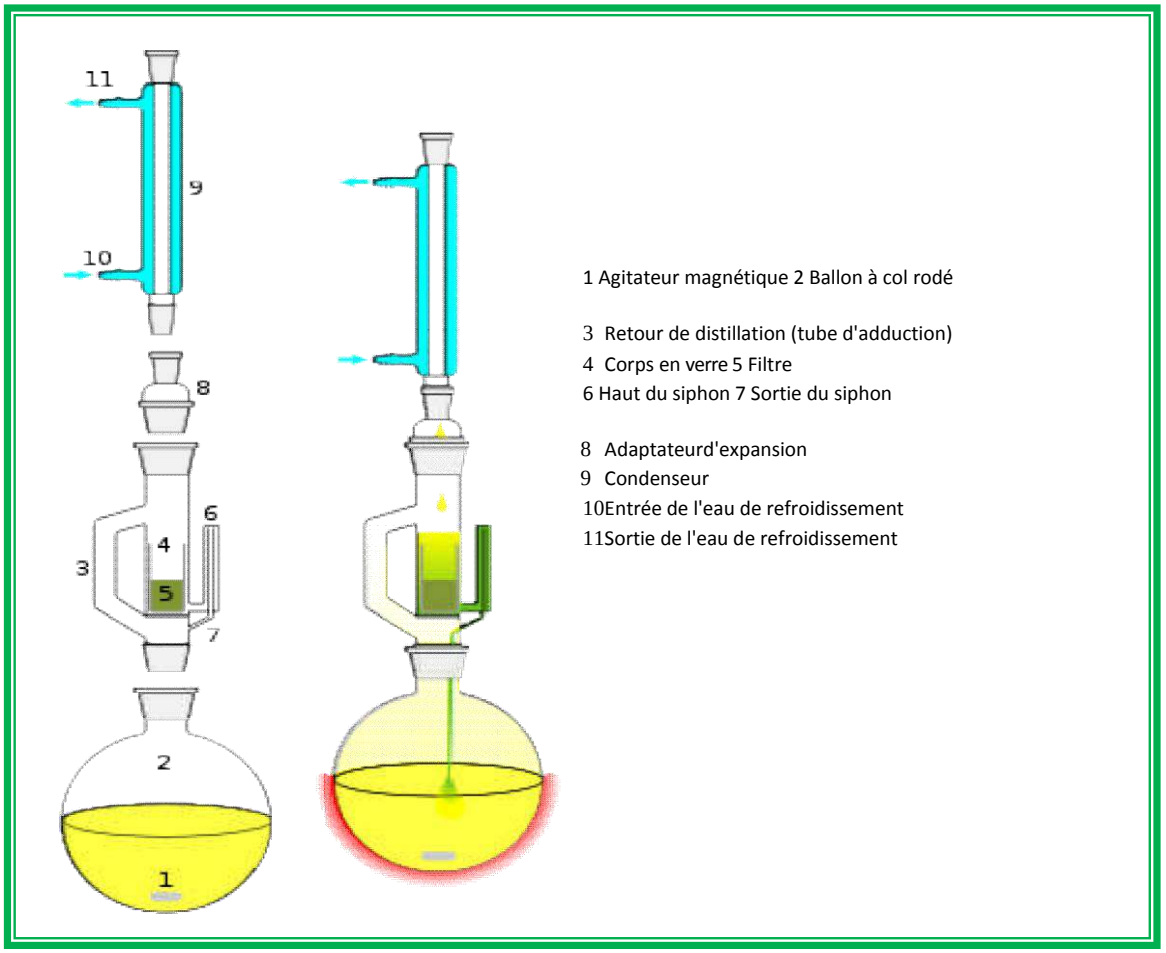


Figure 8. Schéma d'un appareil Soxhlet

Photo N° 04 . Appareille soxhllet

III.3.2.4 Analyse qualitative des pesticides : Chromatographie sur couche mince (CCM)

Pour réaliser l'analyse qualitative, la chromatographie sur couche mince (CCM) est une parmi d'autres méthodes où on peut qualifier les produits à identifier.

III.3.2.4.1 Définition et appareillage:

La chromatographie sur couche mince (CCM) repose principalement sur des phénomènes d'adsorption.

Les principaux éléments d'une séparation chromatographique sur couche mince sont:

Une phase liquide (en général un solvant organique ou mélange de solvants) se déplace par capillarité dans une mince couche uniforme de phase stationnaire (généralement du gel de silice, SiO_2) étalée sur un support rigide ou semi-rigide qui est, en général, une plaque de verre ou d'aluminium ou une feuille de matière plastique (**INERIS, 2005**.)

Les substances à analyser sont séparées par partition entre les phases mobile et stationnaire. La CCM, relativement peu coûteuse et d'exécution facile, peut constituer un puissant moyen d'analyse qualitative lorsqu'elle est combinée à certaines formes de prétraitement des échantillons, comme l'extraction par solvant. Toutefois, certaines séparations peuvent être difficiles à réaliser de façon reproductible. L'interprétation des résultats peut aussi être très délicate, surtout lorsque plusieurs médicaments ou métabolites sont présents

III.3.2.4.2 Matériel utilisé

Pour réaliser cette méthode il faut utiliser le matériel suivant ;

- Plaque à chromatographie (gel de silice sur support d'aluminium) et cuve à élution.
- Ensemble des échantillons à analyser (références et mélange)
- Etalons
- Pipette pasteur.
- Sèche-cheveux.
- Montage d'extraction par solvant
- Cuve à révélation
- Lampe UV

III.3.2.4.3 Les étapes de réalisation

a-choix de la phase mobile :

Le choix de l'éluant est essentiel .Il n'est pas toujours fourni avec le opératoire et il est important de savoir le choisir. L'éluant est sauvent un savant mélange de plusieurs (2 ou 3) solvant par caractère polaire croissant.

1- Ethalon 100 % ⟶ pas de séparation a cause de fort polarité
2- Ethlon 50% héxane 50% ⟶ pas de séparation a cause de fort polarité
3- Dichlorométhane+ quelque goute d'éthanol ⟶ séparation

b-Dépôt de l'échantillon sur la plaque

- Déposer environ 0,5 µl de la solution en un point situé à 1 cm de l'extrémité inférieure de la plaque ;le diamètre de la tache doit être d'environ 2mm pour la disposition de plusieurs produits. La première goutte de l'extrait de sol et l'autre goutte des pesticides utilisés dans la ferme :

- Sur la ligne de dépôt, placer une petite goutte de chaque solution nécessaire à cette chromatographie

Chromatographie sur couche mince

Sécher à l'aide d'un séchoir; éventuellement faire de nouvelles applications **(Anonyme,1970)**

Photo N°5. ***Dépôt de l'échantillon sur la plaque***

c-dépôt de la plaque dans la cuve chromatographique :

- Un récipient habituellement en verre, Placer la plaque dans la cuve en position verticale.

-Refermer le récipient.

- Lorsque le front du solvant se trouve à environ 1 cm de l'extrémité supérieure de la plaque, la retirer et marquer cette position.(Le trait peut être tracé à l'avance et servir de repère pour arrêter l'élution)

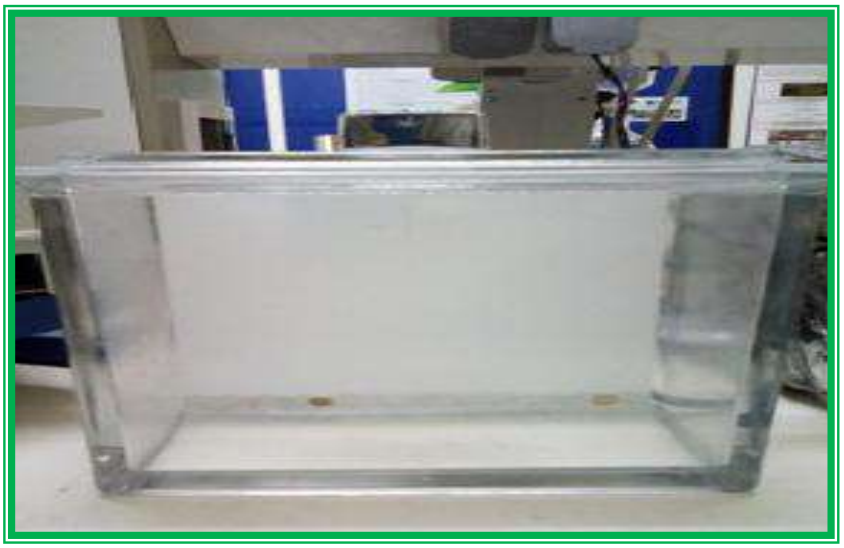
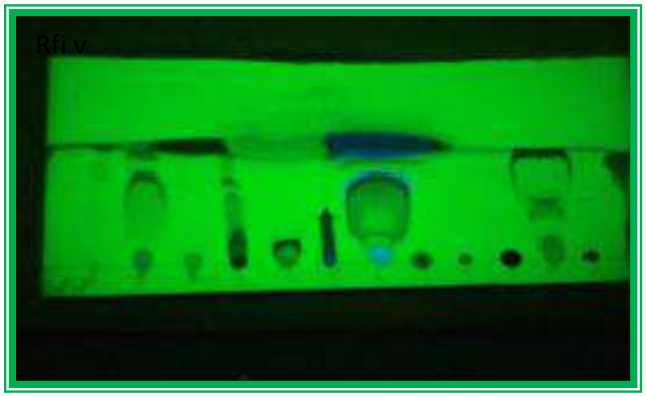


Photo N° 06. Dépôt de la plaque dans la cuve chromatographique

d-Révélation et calcul de R_f

- Sécher la plaque à l'aide d'un séchoir
- Révéler les taches sous une lampe UV.
- Cercler les taches et pointer leur centre.**(Anonyme, 1970)**



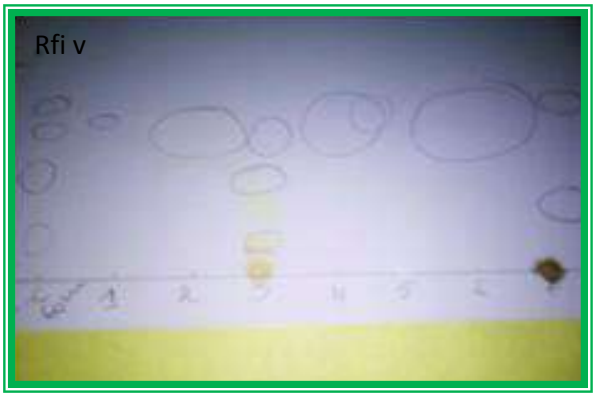
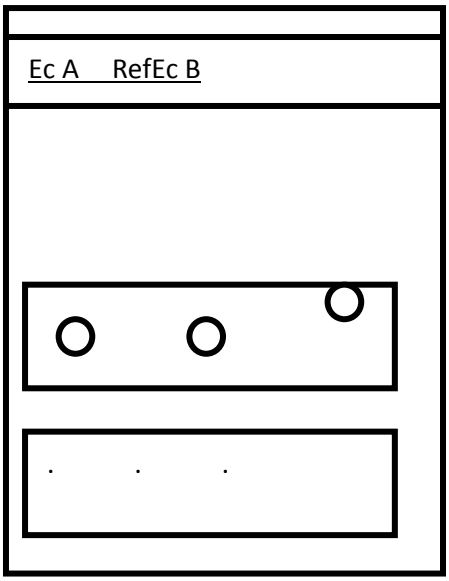
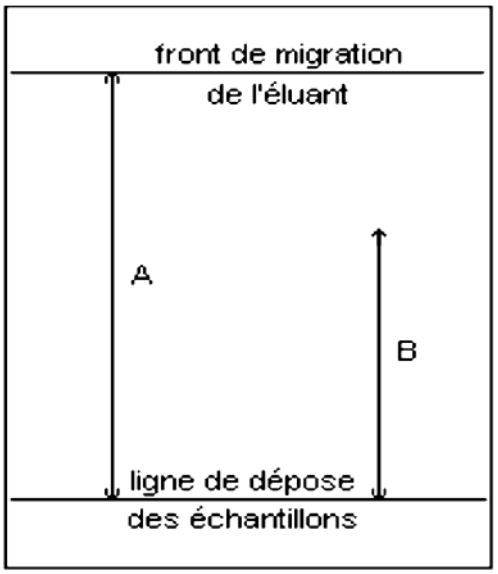


Photo N° 7 Révélation et calcul de R_f





Echantillon A = référence

Echantillon B ≠ référence

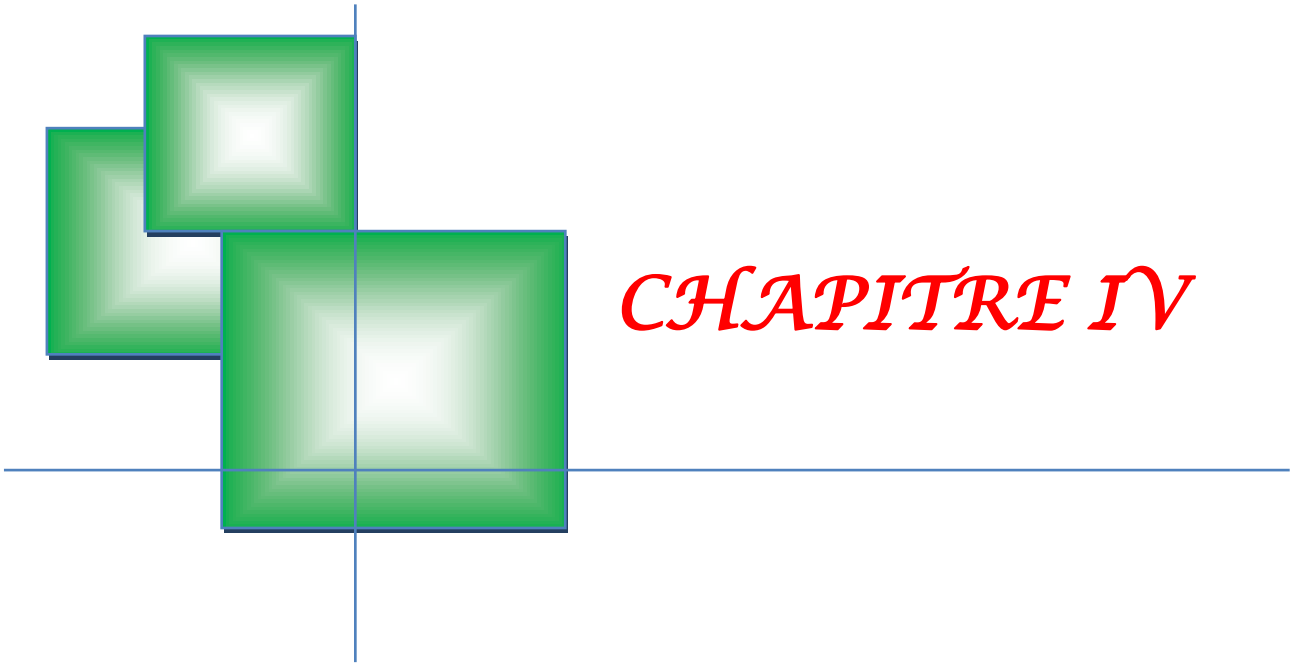
migration en CCM et détermination du Rf

Figure 9 : migration des échantillons sur la plaque de CCM

Afin de définir cette distance de migration, on utilise l'expression : valeur de **Rf** (de l'anglais :Retention Factor).

$$Rf = \frac{\text{Chemin parcouru par la substance depuis le Start}}{\text{Chemin parcouru par la l'étalon depuis le Start}}$$

Pour un couple éluant et support déterminé, R_f est une caractéristique de chaque soluté à la température de l'expérience. Sa valeur est toujours inférieure à un et on la calcule à deux chiffres après la virgule.(**RELYEA , 2000).**



CHAPITRE IV

Résultats et discussion

IV.1 Analyses physico chimiques du sol

IV.1.1 L'humidité :

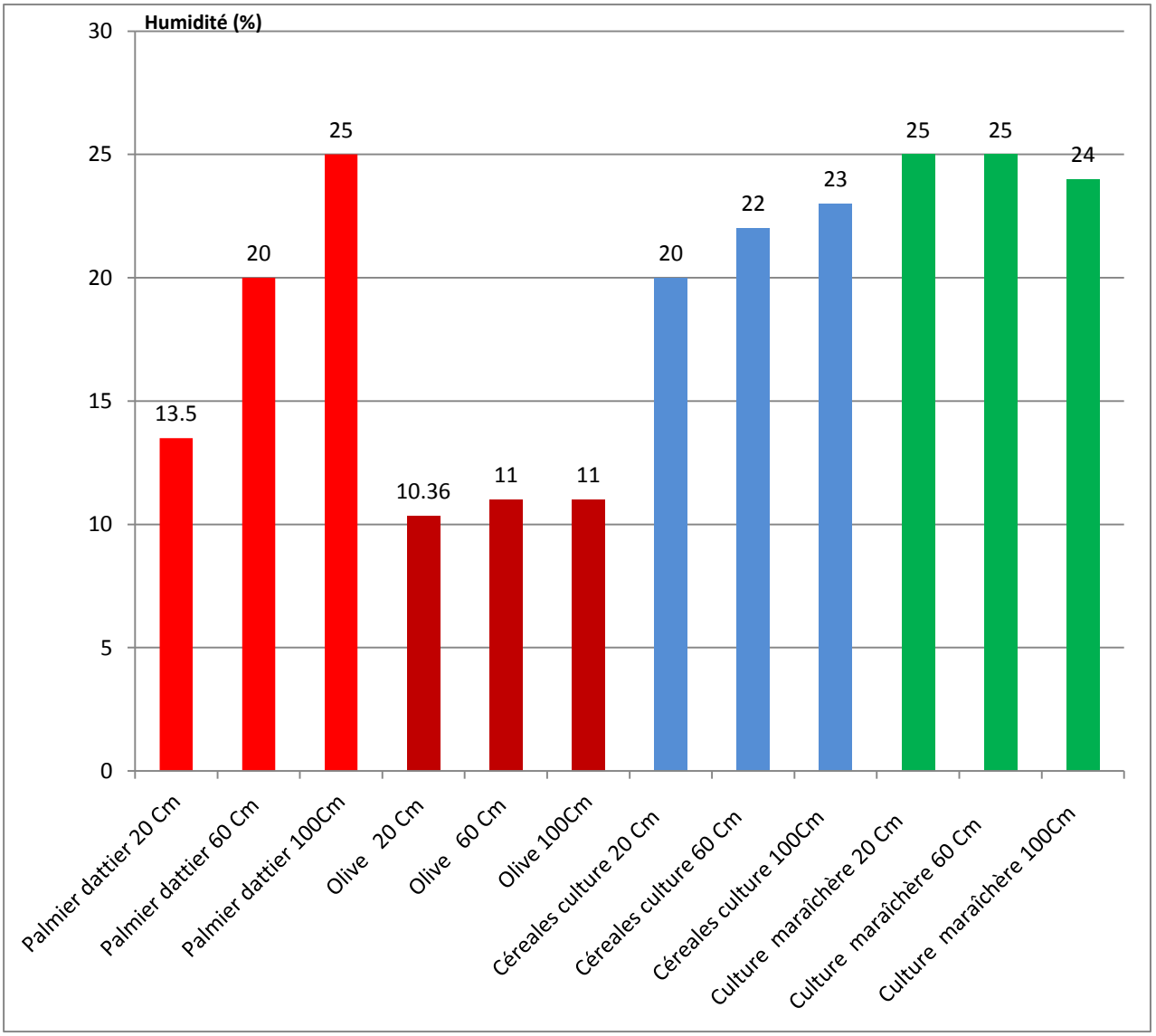


Figure 10. Variation de l'humidité dans le sol cultivé sous différentes cultures

L'humidité est un paramètre important dans le sol, l'échantillon de sol étudié est caractérisé par une humidité de 20%. Toutefois, il est à noter qu'un faible taux d'humidité peut avoir un effet des facteurs abiotiques à savoir, les hautes températures et les vents **(ABDELLAOUI , 2010).**

IV.1.2 Le pH ;

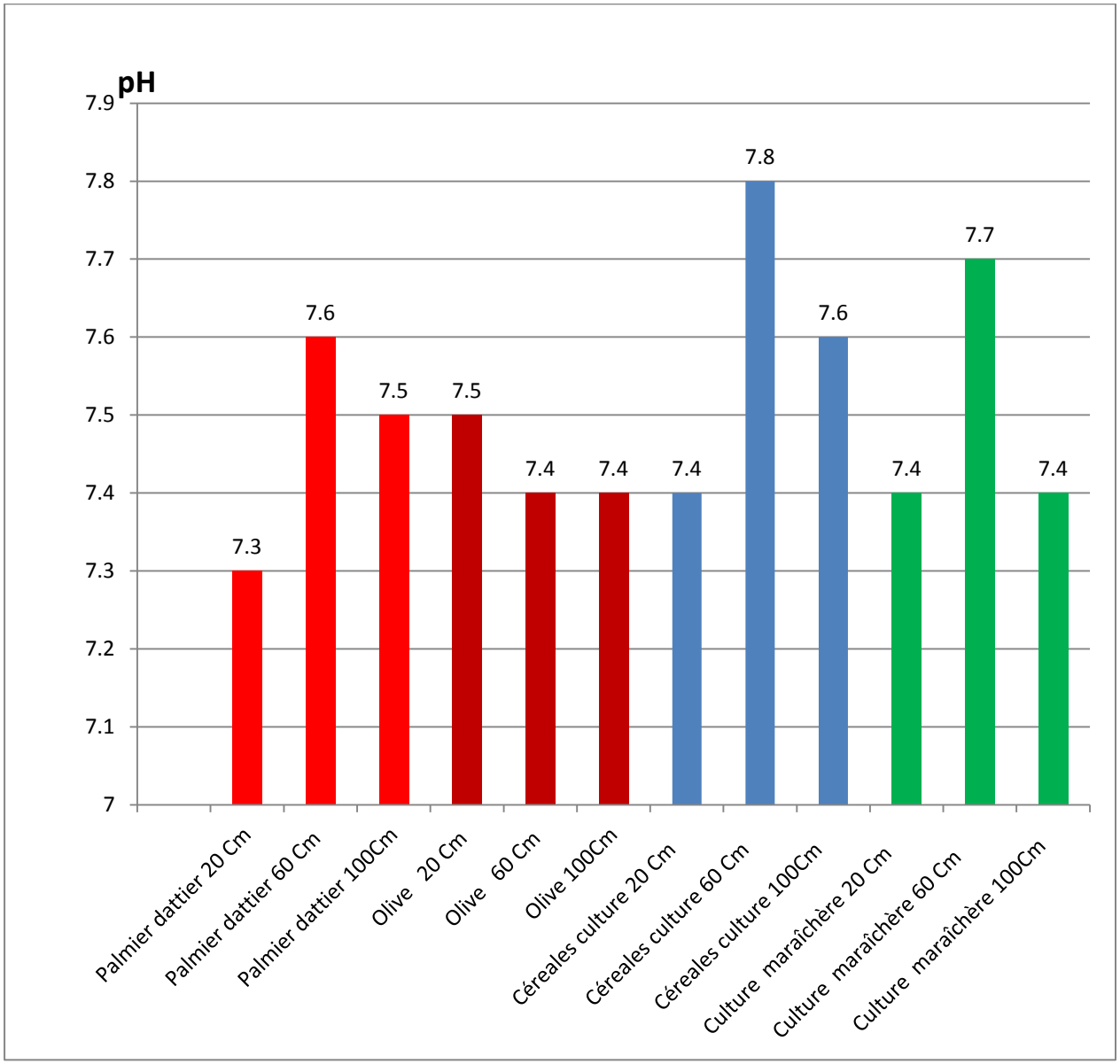


Figure 11. Variation du pH dans le sol cultivé sous différentes cultures

L'échantillon du sol prélevé à différentes profondeurs et sous différentes cultures présente un pH légèrement alcalin environ de 7.5 D'après **DAOUD et HALITIM (1994),** les sols des régions arides sont caractérisés généralement par des pH alcalins (7,5 <pH<8,5).

IV.1.3 Conductivité électrique

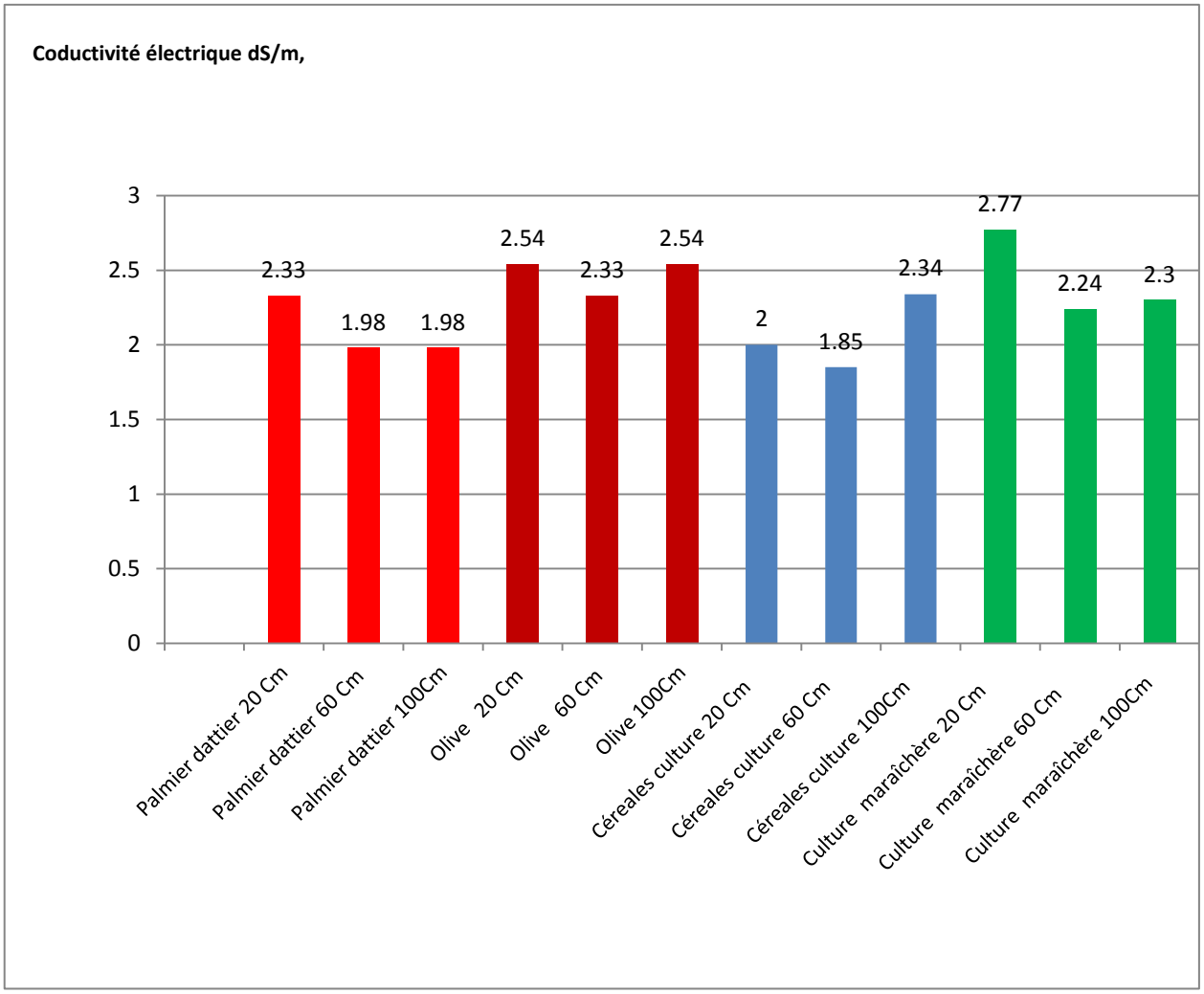


Figure 12. Variation de la C.E dans le sol cultivé sous différentes cultures

Les résultats d'analyse de la conductivité électrique sont représentés dans la (figure n° 12)

Les valeurs de la conductivité électrique de notre échantillon est environ 2.dS/m, ce qui lui confère classe de sol salé **(AUBERT, 1978)**

IV.1.4 Teneur en matière organique

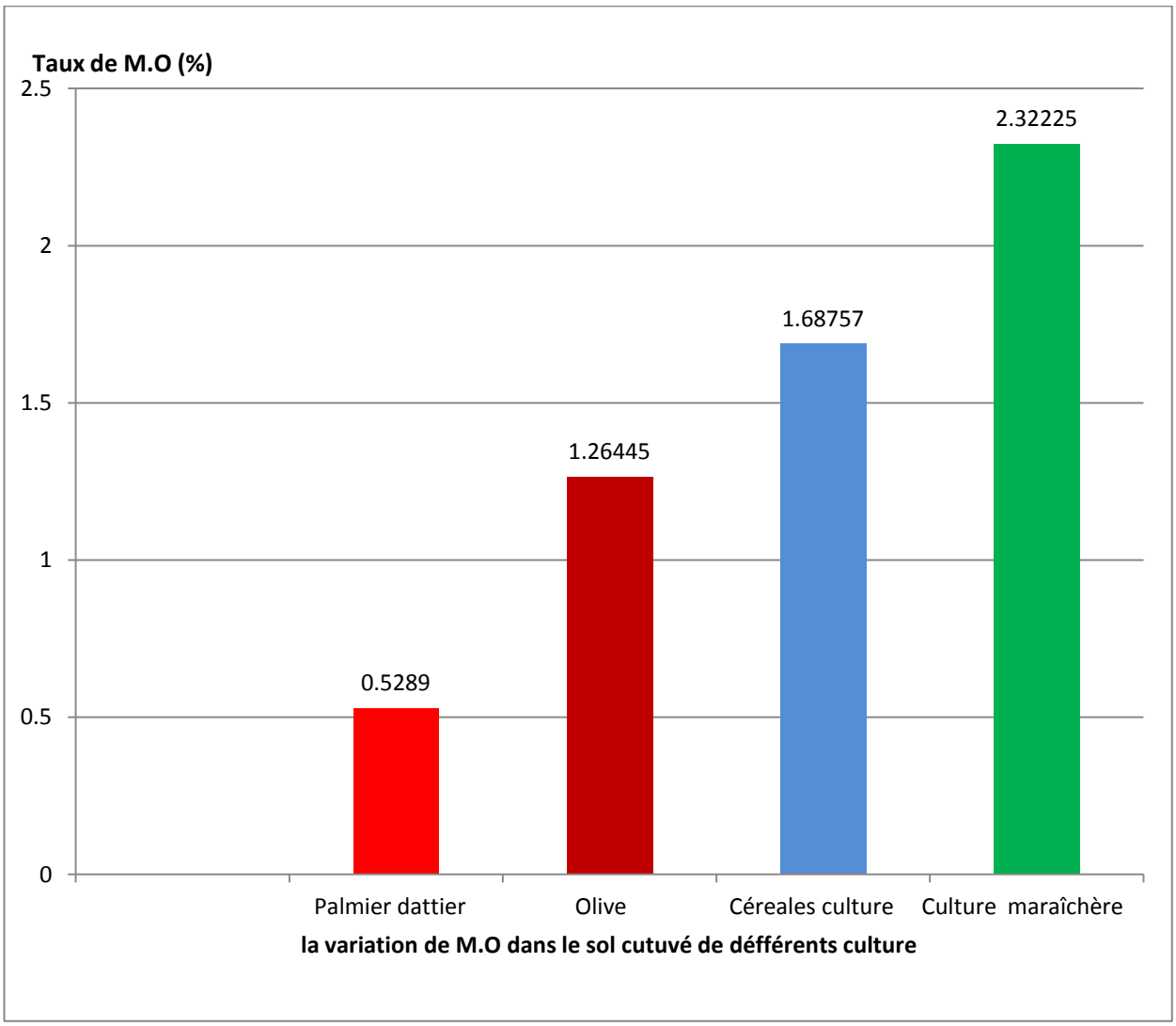


Figure 13. Variation de la MO dans le sol cultivé sous différentes cultures

Nos résultats sur la teneur en matière organique des échantillons du sol varient selon la culture Dans le sol de palmier dattier et d'olive le taux de la matière organique est faible alors que dans le sol des cultures maraichères et céréalières il est d'environ 2.%. Donc, la teneur du sol est moyennement riche en matière organique .

IV.1.5 Taux du Calcaire total

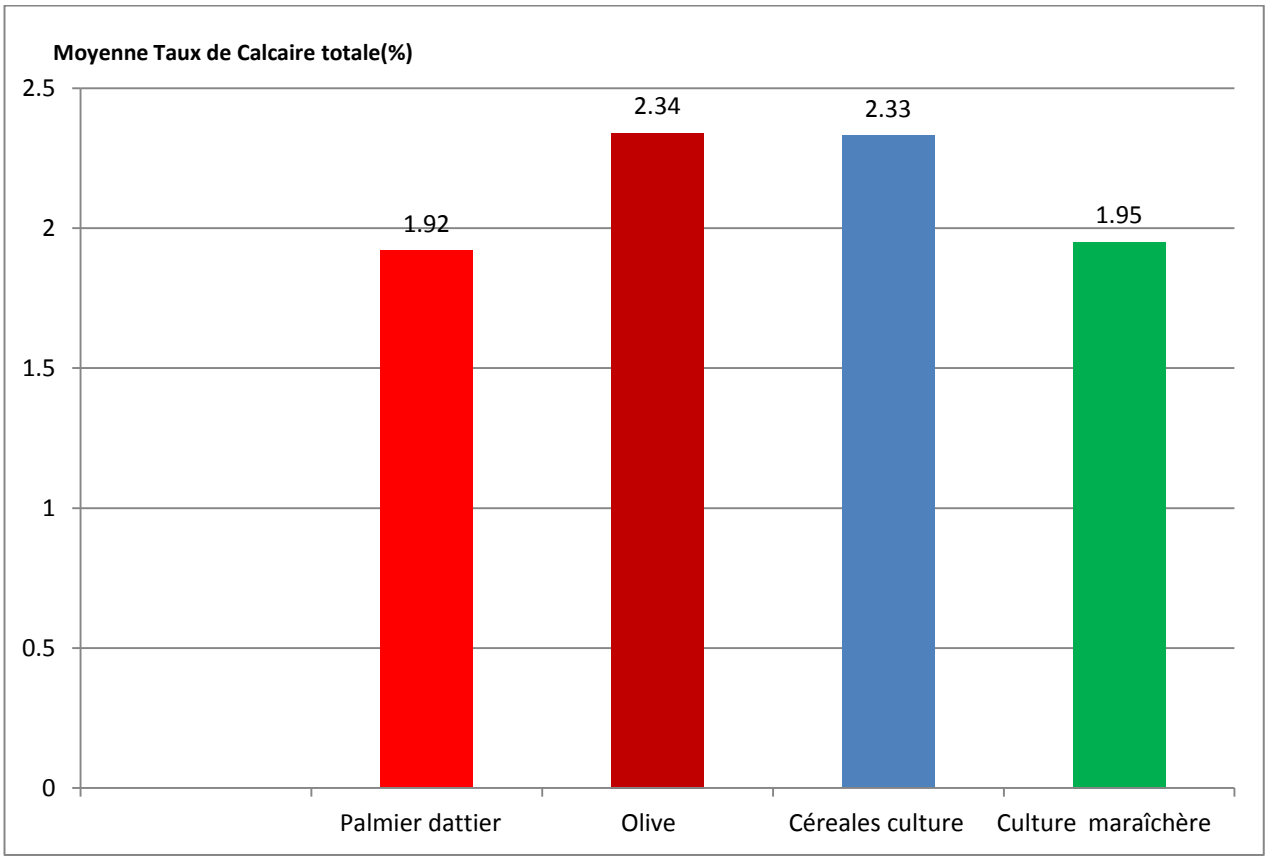


Figure 14. Variation de C.T dans le sol cultivé sous différentes cultures

Les résultats d'analyses du calcaire total exprimant un taux d'environ 2%, sont présentés dans la (figure n° 14) les sols étudiés sont peu calcaire selon l'échelle de classification de **BAISE (1988).**

IV.1.6 L'azote total : Le résultat des analyses du taux de l'azote du sol, nous remarquons que le taux d'azote égale 0.02% dans le sol étudie est faible

La faible teneur en azote dans le sol, peut s'expliquer par la diminution de la fixation de l'azote atmosphérique par les micro-organismes spécialisés ou les plantes.

IV.2 Résultats de l'identification qualitative des pesticides par chromatographie sur couches minces (CCM) :

Après la réalisation de l'expérience analyse qualitative des pesticides nous avons calculé le R_f pour chaque culture, le résultat est le suivant.

IV.2 .1 Extrait du sol des cultures maraichères : Profondeur 20 cm (CM 20) :

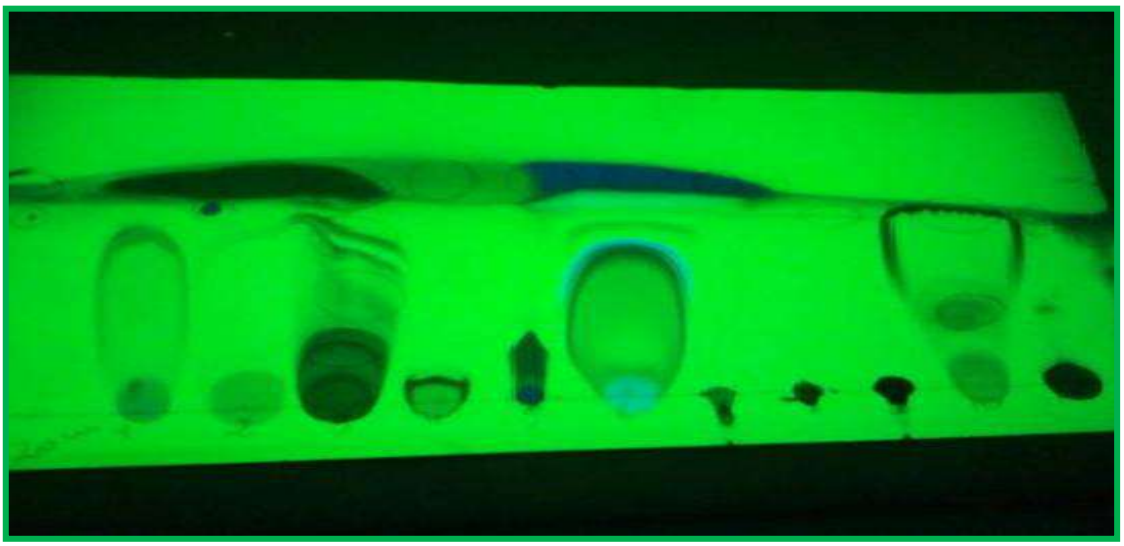


Photo n° 8 plaque CCM de l'extrait de culture maraichère profondeur 20 cm

Tableau N° 06: Calcul de l'Rf de l'extrait des cultures maraichères profondeur 20cm.

Rf culture maraichères 20 cm	Abactin	Coragen	Prosaro	Agrinare	Filex	Cyper méthrine	Dicofol	Hemixate	trimol	score
0.3	0.72	0.69	0.2	0.2	*	0.72	*	0.95	0.3	0.72
0.72	0.76	0.98	0.3	0.95		0.95				
	0.9		0.64							

A travers les résultats obtenus, nous remarquons que certains pesticides possèdent le même front de rétention (R_f) comme par exemple le Rf 0,72 qui apparait dans trois produits ainsi que celui de l'extrait comme on le constate dans le tableau si dessus, ce qui explique que notre échantillon (CM20cm) contient le même produit phytosanitaire.

Donc l'éxtrait de sol du culture marichaire profondeur 20 cm cotient Abactin ,prosaro,cyper méthrine,trimol,score.

IV.2 .2. Extrait du sol des cultures maraichères Profondeur 100 cm (CM 100)

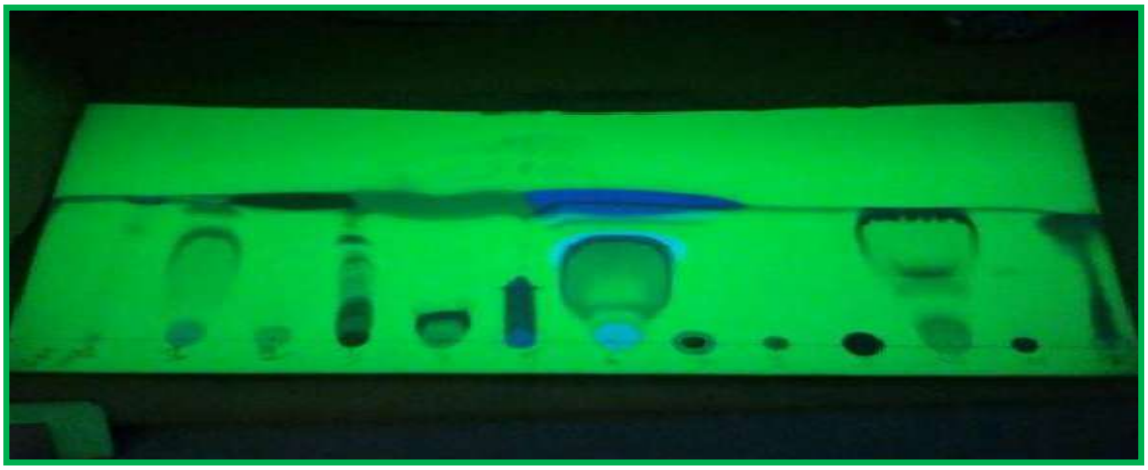


Photo n° 9 plaque CCM de l'extrait de culture maraichère profondeur 100 cm

Tableau N°07 : Calcul de l'Rf de l'extrait des cultures maraichères profondeur 100cm.

Rf (culture marichaire 100 cm	Abactin	Coragen	Prosaro	Agrinare	Filex	Cyper méthrine	Dicofol	Hemixate	trimol	score
0.3	0.8	0.3	0.2	*	0.8	0.9	*	0.5	0.5	0.5
0.8	0.9	1	0.65							0.8
0.9	0.9		0.7							0.9

Pour le tableau N° 07 , nous remarquons également que certains pesticides possèdent le même R_f comme par exemple le Rf 0,8 comme on le constate dans le tableau si dessus, ce qui explique que notre échantillon (CM100cm) contient le même produit phytosanitaire

L'extrait des cultures maraichères profondeur 100cm contient : abactin, coragen, filex, cyperméthrine, score.

IV.2 .3 Extrait du sol des Arbres d'olivie

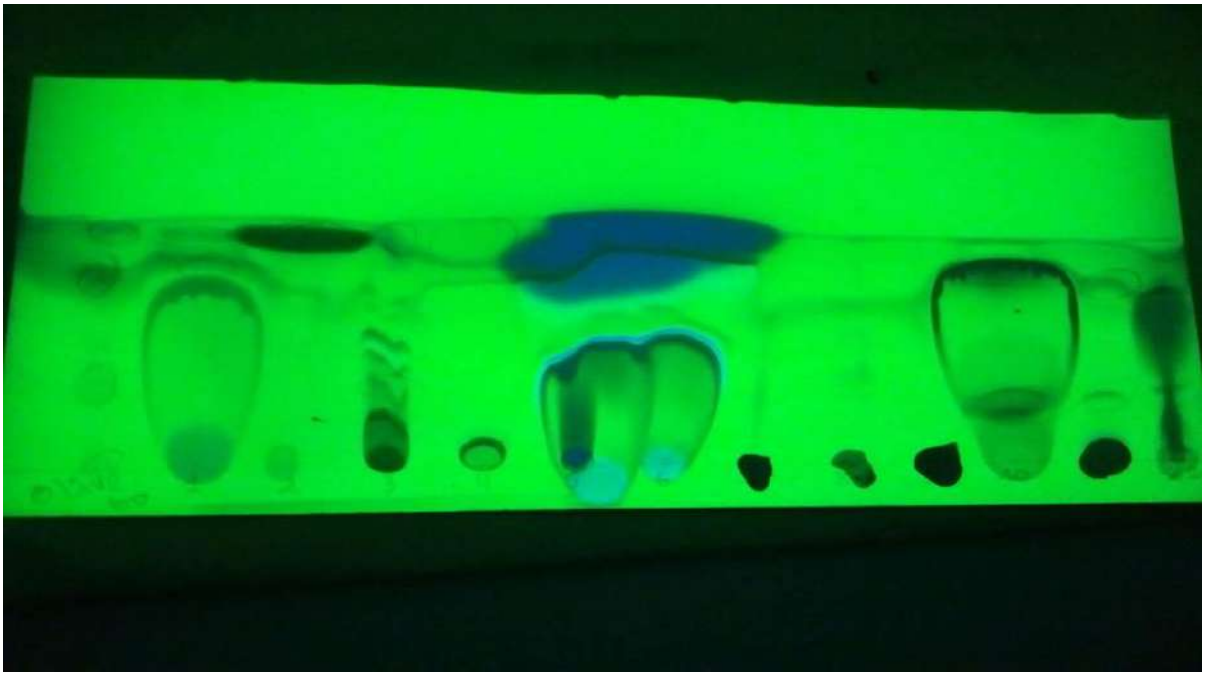


Photo N°10 plaque CCM de l'extrait de arbre d'olivie

Tableau N°08. : Calcul de l'Rf de l'extrait des arbres d'olivie

Rf (l'arbre de olive)	Abactin	Coragen	Prosaro	Agrinare	Filex	Cyper méthrine	Dicofol	Hemixate	trimol	score
0.45	0.75	0.75	0.45	0.35	0.45	0.45	*	0.8	0.30	0.45
0.85	0.88	0.99	0.85	0.85	0.45	0.98				0.95
0.98	0.9		0.98	0.98	0.9					

Le tableau N° 08 nous révèle que certains pesticides possèdent le même R_f 0.45 de celui de l'extrait ceci explique que l'échantillon de l'extrait de la culture d'olive contient les mêmes produits phytosanitaires. l'extrait des arbres d'olivie contient: prosaro,agrinare,filex,cyperméthrine,score.

IV.2 .4 Extrait du sol de Céréales culture

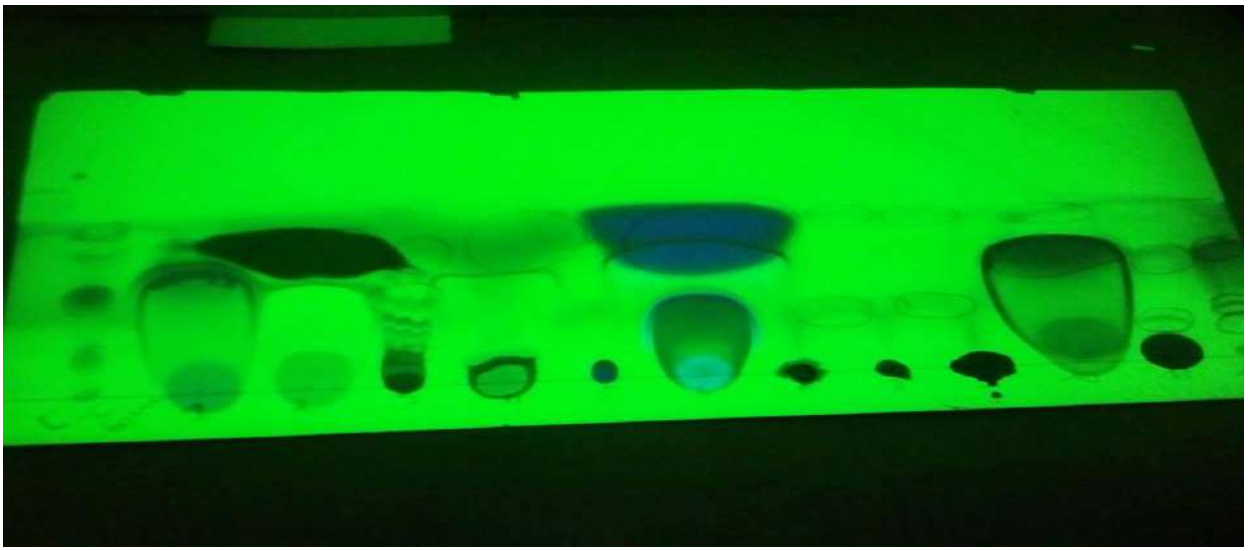


Photo N ° 11 plaque CCM de l'extrait de culture céréales culture

Tableau N°09. : Calcul de l'Rf de l'extrait des céréales culture.

Rf cérélé culture	Abactin	Coragen	Prosaro	Agrinare	Filex	Cyper méthrine	Dicofol	Hemixate	trimol	score
0.18	0.67	0.67	0.18	0.35	0.83	0.83	*	0.67	0.18	0.18
0. 5			0.85	0. 5	0. 5				0.67	0.67
0.67			0.98	0.67	0.67					

A travers les résultats obtenus du tableau N°09, nous constatons aussi que notre échantillon contient trois R_f différents les produits ceci peut être expliquer que les pesticides du même R_f 0.67 se trouvent dans l'extrait du sol des cultures en plein champs.

Extrait du sol de Céréales culture contient :abactin,coragene,agrinare,filex,hemixate,trimol,score.

IV.2 .5 Extrait du sol de Palmier dattier

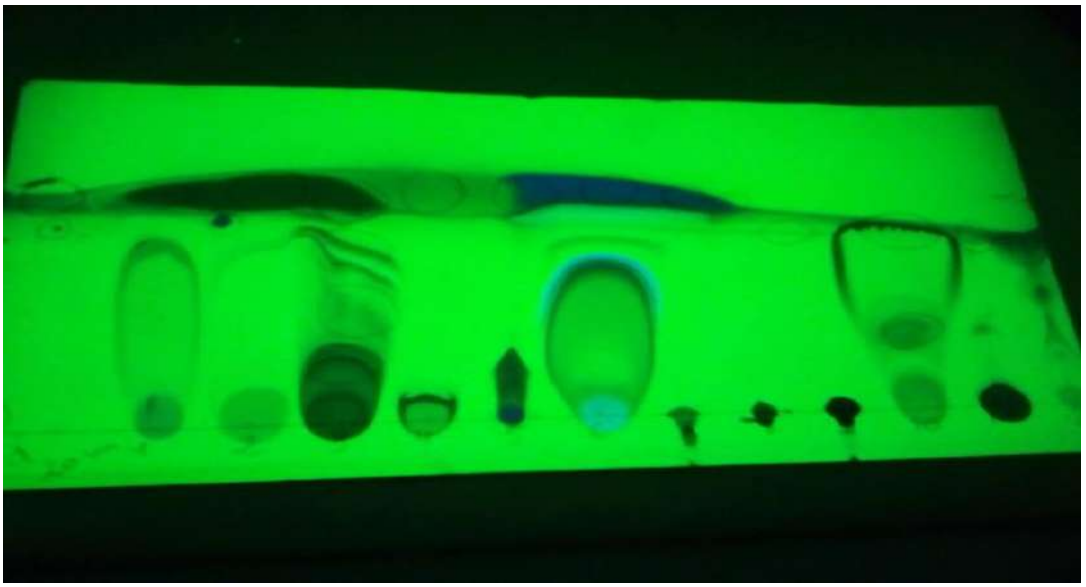


Photo N° 12 plaque CCM de l'extrait de palmier dattier

Tableau N°10. : Calcul de l'Rf de l'extrait du palmier dattier.

Rf palmier dattier	Abactin	Coragen	Prosaro	Agrinare	Filex	Cyper méthrine	Dicofol	Hemixate	trimol	score
0.05	0.83	1	0.30	1	0.20	0.98	*	0.83	0.67	0.18
0.83	0.98		0.83						0.90	0.50
0.98			0.99							

A travers les résultats obtenus dans le tableau N° 10, nous constatons aussi que l'extrait de l'échantillon du palmier dattier contient le même produit phytosanitaire des étalent possédant le même R_f 0.98

Extrait du sol de Palmier dattier cotient ;abactin,prosaro,cyperméthrine,hémixate,

.

Conclusion

L'objectif de notre travail visait extraction des pesticides dans le sol cultivé dans la région de l'hadjira La démarche suivie s'appuie sur plusieurs approches convergentes : Donc les résultats d'analyses physico-chimiques :

L'humidité le sol étudié est caractérisée par une humidité de 20%. Toutefois, il est à noter qu'un faible taux d'humidité

Le pH : les sols étudiés sont caractérisées par des pH légèrement alcalin.

La conductivité électrique (CE) : mesurée dans l'extrait 1/5 en dS/m des sols des sites étudies, est salés

Le calcaire $CaCO_3$ Les résultats d'analyses du calcaire total exprimant un taux d'environ 2%, les sols étudiés sont peu calcaire

La matière organique M.O. Nos résultats sur la teneur en matière organique des échantillons du sol varient .Dans le sol de palmier dattier et de la culture d'olive le taux de la matière organique est faible alors et dans le sol de cultures maraichères et céréalières cultures il est d'environ 2 % Donc, la teneur du sol est moyennement riche en matière organique

L'azote total : Le résultat des analyses du taux de l'azote du sol, nous remarquons que le taux d'azote égale 0.02% dans le sol étudie est faible

Les résultats de l'identification qualitative par chromatographie sur couches minces nous a révélé que nos cinq extraits obtenus des sols de différentes cultures possédant les mêmes Rf de celui de nos échantillons étalons ceci nous confirme que les produits utilisés pour traiter les différentes cultures (les pesticides)

l'extrait de sol du culture marichaire profondeur 20 cm contient Abactin, prosaro, cyper méthrine, trimol, score.

l'extrait des cultures maraichères profondeur 100cm contient : abactin, coragen, filex, cyperméthrine, score

l'extrait des arbres d'olivier contient: prosaro,agrinare,filex,cyperméthrine,score.

Extrait du sol de Céréales culture contient : abactin, coragene, agrinare, filex, hemixate, trimol, score

Extrait du sol de Palmier dattier contient ; abactin, prosaro, cyperméthrine, hémixate,

ont contaminé les sols voisins et transportés soit par le vent soit par les eaux d'irrigation.

En conclusion, la dispersion, qui entraine le produit et éventuellement ses dérivés hors du point d'application ou du volume de sol dans lequel il est recherché, qui assure la transformation de la molécule initiale d'une manière plus ou moins prononcée et pouvant aller jusqu'‡ sa minéralisation. La dispersion est assurée par différents modes de transfert (volatilisation, lixiviation-lessivage, entrainement par ruissellement, absorption par la plante),

Références bibliographiques

CORNET A, (1964): Initiation à l'hydrogéologie Saharienne. Cours ronéoté destiné aux officiers du cours préparatoire aux Affaires Sahariennes. Service des études scientifiques. Birmandreis, Alger.p 108.

DOB, M (2010) : contribution à l'étude de l'état de l'environnement des chotts et des sebkhas dans la région d'El Hadjira, thèse Ing. Univ. Ouargla. 61 p.

DUBIEF J, (1953) : Le climat du Sahara. Mém. Inst, Rech, Saha. Alger. Tome I, p 298.

GERARD G, (1991): Climatologie de l'environnement. Cours et exercices corrigés. INRA.Paris.p319.

MONOD T, (1992) : du désert. Sécheresse. N°1.vol 3, pp 9-13.

OZENDA P, (1977) : Flore du Sahara. 2éme Edition, Ed. C.N.R.S. France. 622p

OZENDA P, (1991) : Flore et végétation du Sahara. 3éme Edition, Ed. C.N.R.S. France. 662p.

BUSSON G, (1971) : Sédimentation, transgression et paléogéographie sur les grandes plate- formes du Mésozoïque : l'exemple du Cénomanien- Turonien du NE de la plate forme saharienne et de Berberie. Bull. Soc géol, pp 701.

BOUZIANI M., 2007- L'usage immodéré des pesticides. De graves conséquences sanitaires. Le guide de médecine et de la santé. Santémaghreb.p 36-98

STEWART P, (1969) : Quotient pluviothermique et la dégradation de la biosphère. Bull. Soc. Hist. Nat. Agro, pp24- 25.

CHEHMA A, (2005) : Etude floristique et nutritive des parcours camelins, du Sahara septentrional Algérien cas des régions d'Ouargla et Ghardaïa .Ins. Biologie. Univer Annaba, thèse doctorat, 178 p.

A.TOR; M.EMIN AYDIN; S.OZCAN, J. (2006): Analytica Chimica Acta 559) 173–180

A.HAYO; M.G. VAN DER WERF, J. (1996) : Ecosystems and Environment 60 81-96

S.SEBIH, (2008) ; *mémoire de magister* Ecole Nationale Polytechnique Alger-**M.O.S.OULD KANKOU M,(2004)** ; Evaluation de la toxicité de mixtures de pesticides sur un bio indicateur de la pollution des sols *helix aspersa* .Mémoire de fin d'étude, Doctorat. Univ, Annaba. 110P.

ZEBOUDJI B,(2005) La pollution par les matières Phosphorées en Bretagne. Sources,Transfert Et moyennes de lutte. Direction régional de l'environnement Bretagne. 85p.

BOLAND J , (2004) ; . Les pesticides compositions, utilisation et risques. Editions Agrodok P 76-98

K.EL MRABET, (2006) : . Chimie des pesticides. Technique et documentation-lavoisier. Paris. 344 p.

R. CALVET, (2005) Les pesticides dans le sol. Édition France Agricole P 80-86-234

E. BARRIUSSO,2004

MARGOUM. Amélioration de la capacité de biodégradation de deux pesticides (methyl parathion, méthomyl) par des bactéries irradiées. en vue de l'obtention du Diplôme National d'Ingénieur en Sciences Appliquées et en Technologie. Université de Carthage. 70p.

A.SAIBI, (2008) : Évaluation de la toxicité de mixtures de pesticides sur un bioindicateur de la pollution des sols *Helix aspersa*, thèse de doctorat, p 4.

NAHIDA M ; 2012 identification et dosage des pesticides dans l'agriculture et les problèmes d'envirenemmnt liée *mémoire de magister* université d'Oran 2012

ABDELLAOUI Z., TESKRAT H., BELHADJ A., ZAGHOUANE O., 2010- Étude comparative de l'effet du travail conventionnel, semis direct et travail minimum sur le comportement d'une culture de

blé dur dans la zone subhumide. 4èmes rencontres méditerranéennes du semis direct. (Options Méditerranéennes : Série A. Séminaires Méditerranéens ; n. 96). 4. Actes des Rencontres Méditerranéennes du Semis Direct, 03-05 /05/2010/ Sétif (Algérie).2010.

ITA., 1975- laboratoire du sol: méthodes d'analyses physique et chimique du sol. institut technologique agricole.Mostaganme. 78p.

AUB DAOUD Y. et HALITIM A., 1994- Irrigation et salinisation au Sahara Algérien. Sécheresse. 5(3). pp151-160.

ERT G., 1978- Méthodes d'analyses des sols. Ed. C.R.D.P., Marseille, 191p.

L.CLAUSEN; F LARSEN; H.J ALBRECHTSEN .*j* *Environmental Science and Technology.* 38 **(**2004) 4510-4518.

J.R. DEAN J.2008 Chromatography A, 754 (1996) 221-233

R.CELIS; L.COX; M. C. HERMOSIN; J.CORNEJO. *J environmental quality* 26 (1997) 472-479

(C.W. THORSTENSEN; O. LODE; O. M. EKLO; A. CHRISTIANSEN. *J.Environmental Quality*. 30 (2001) 2046–2052.).

BAIZE D., 2000- Guide des analyses en pédologie, choix-expression, présentation interprétation. 2eme Ed INRA, Paris, 257p.

AFNOR.,1999- Qualité des sols. Ed. AFNOR, Vol. 2, Paris, 408p.

SOLTNER D., 2005- Les bases de production végétale. 24e Edition. Tome I, paris, 472 p.

INERIS, 2005. Détermination des pesticides à surveiller dans le compartiment aérien : approche par hiérarchisation. *Institut national de l'environnement industriel et des-risques*.http://www.ineris.fr/index.php?module=doc&action=getDoc&id_doc_object=2548.

q étude géochimique et minéralogique des chitts de la région de l'Hdgira ,thése de magister univ ,ouargla

AUBERT G., 1978- Méthodes d'analyses des sols. Ed. C.R.D.P., Marseille, 191p.

RELYEA R. A., 2009- A cocktail of contaminants: How mixtures of pesticides at low concentrations affect aquatic communities. *Oecologia*, vol 159 (2): 363-376.

CLAUSEN L,2004. Enviennmmental sience and technologie p-4510-4518

C W THROTANSEN ;2001 Enviernmmental quality p2046-2052

Résumé

éxtration des pesticides dans sol cultuvé dans la région de l'ahdgira

Cette étude s'est focalisée sur l'extraction des insecticides a partir des sols cultives de la région d'elhadjira wilaya de Ouargla dans le sud est de l'Algérie.

A partir d'une étude analytique physico-chimique des échantillons nous avons retrouvé que le sol d'elhadjira se caractérise par une forte acidité, une nette pauvreté en matières organique et un pourcentage faible en azote.

Les résultats de l'identification qualitative par chromatographie sur couches minces nous a révélé que nos cinq extraits obtenus des sols de différentes cultures possédant les mêmes Rf de celui de nos échantillons étalons ceci nous confirme que les produits utilisés pour traiter les différentes cultures (les pesticides) ont contaminé les sols voisins et transportés soit par le vent soit par les eaux d'irrigation.

Mots clés éxtraction , Sol ,cultuvé., ouargla, pesticide.

Abstract

This study focused on the extraction of insecticides from cultivated soils of the Ouargla elhadjira wilaya region in southeastern Algeria. From a physico-chemical analytical study of the samples we found that the elhadjira soil is characterized by a strong acidity, a clear poverty in organic matter and a low percentage in nitrogen . The results of the qualitative identification by thin layer chromatography revealed to us that our five extracts obtained from soils of different cultures having the same Rf of that of our standard samples this confirms us that the products used to treat the different cultures (the pesticides) have contaminated nearby soils and carried either by wind or by irrigation water.

Keywords : **éxtraction. Sol . cultuvé. Pesticide.**

ملخص

ركزت هذه الدراسة على استخلاص المبيدات الحشرية من تربه زراعيه بمنطقة الحجيرة ولاية ورقلة الواقعة بالجنوب الشرقي للجزائر

حيث قمنا بأخذ عينات من تربة محاصيل زراعية مختلفة من خلال دراسة تحليلية كيميائة فيزيائية،فوجدنا أن تربة منطقة الحجيرة تتميز بخصائص التربة الصحراوية حيث أنها تتميز بدرجة حموضة عالية .ونقص المواد العضوية ونسبة الآزوت المنخفضة، وبعد قيامنا بتحاليل نوعية المبيدات الحشرية بتقنية الكروماتوغرافي على طبقه رقيقه .اكتشفنا ان الخمس مستخلصات التربه مختلفة تمتلك نفس عامل الاحتفاظ ومن ذلك ناكد ان المنتجات المستعمله لعلاج انواع مختلفه من النباتات (المبيدات) تلوث التربه المجاورة وكذلك ينتقل عبر الرياح او عبر مياه السقي

الكلمات المفتاحية: استخلاص , تربه. رزاعه. مبيدات.