

1. Choix et présentation des sites

1.1. Localisation

Dans l'étude de notre expérimentation nous avons choisi la STEP d'El-Kala (station-traitement des eaux polluantes), eau domestique, dite eau grise, sans les eaux industrielles, les 04 traitements des qualités des eaux utiliser sont :

L'irrigation par les eaux usées traitées se fait essentiellement sur deux types de sol : **Argileux sablo** et les sols d'apport de type **Limoneux sablo** peu évolués. Ces deux types de sol ont été, ainsi, choisis pour étudier l'effet de l'irrigation par les EUT. Ce domaine est composé de plusieurs extensions dont la plus large est oum Teboul ; et Souarekh.

Objectif de l'essai :

Notre essai comporte une étude sur la ferti-irrigation de la (tomate industrielle-variété ISMAF₁-) et (haricot vert) par des eaux résiduaires. Les objectifs escomptés sont les suivants :

- * Quantifier l'effet des eaux usées sur la croissance et le rendement des deux cultures.
- * Trouver et utiliser une solution intermédiaire afin de minimiser les inconvénients liés :
 - A la rareté de l'eau destinée à l'irrigation (par utilisation des eaux usées) ;
 - Au coût élevé de l'engrais artificiel (par la richesse des eaux résiduaires en éléments minéraux) ;
 - A l'investissement pour l'installation des stations d'épuration ;
 - Et enfin aux maladies occasionnées aux consommateurs (la santé humaine) e les dégâts occasionnées au sol, le sous-sol et l'environnement.

2- Conditions de déroulement de l'essai :

Les deux culture a été menée en plein champ au sein de la station STEP d'El Kala . La mise en place des deux cultures a été séparé a différente périodes et différente années, les blocs expérimentaux pour chaque culture est répétés 3 fois de suite avec 3 année différente.

Le semis de la tomate été en fin d'avril exactement le 20/04/2005.

Le semi de le haricot vert été au mois de mars 15/03/2006.

2-1- Température :

Les relevés des températures sont pris chaque semaine sur terrain en plein champ à l'aide d'un thermomètre Minimum/Maximum. Les températures sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau III-1 : Les températures hebdomadaires durant l'expérimentation

Temps (semaine)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
T°C (jour)	22	26	28	24	22	26	28	30	28	27	30	28

2-2-Précipitation :

Il a plu le premier jour de la plantation (des faibles quantités de pluie) suivi par des éclaircies plus au moins progressives.

2-3- L'irrigation:

T0: Eau Témoin, eau courante).

T1: EUB 100%)

T2: 50%EUB; 50% EUT).

T3: Eau usée traité EUT).

Il existe trois phases pour la volume d'eau apporté à l'irrigation.(voir tableau Annexe).

❖ **La première phase** de conduite de l'irrigation pour chaque culture, et fonction à la capacité au champ qui est la CC. C'est-à-dire remplir le pot avec du sol, jusqu'au **X1= 05kg**, puis irriguer jusqu'au afin d'obtenir un drainage. Pendant 24 heures.

** **Deuxième phase** : repeser le pot après 24 heures nous aurons **X2=5600g**.

❖ **troisième phase** : la différence $P2 - P1 = P3$ (P3 est la quantité d'eau apporté pour chaque pot)

5600 – 5000 = P3=600 ml d'eau évaporé, avec une fréquence d'irrigation en fonction du stade végétatif et l'humidité du sol, grâce à un tensiomètre placé à l'intérieure d'un pot.

Remarque importante : le poids des pots est le même pour chaque traitement.et les deux cultures. (voir tableau ci-dessous)

Traitement	T0	T1	T2	T3
Poids (g)	5000g	5000g	5000g	5000g

3- Le matériel végétal

L'essai est réalisé sur une culture hybride de tomate industrielle originaire de l'Amérique tropicale (variété ISMA F₁). Cette plante est caractérisée par sa grande tolérance en eau et en éléments fertilisants et par sa tolérance aux verticillium, fusarium, et aux nématodes. C'est une plante vigoureuse à port déterminé et permet une production importante (CAB Ben Omor).

Le haricot (Phaseolus spp, valgarus Légumineuses) est le fruit d'une plante originaire d'Amérique centrale et d'Amérique du Sud. Le mot «haricot» désigne à la fois le fruit, la graine et la plante qui les produit.

4- L'eau

Les eaux utilisées pour l'irrigation de la culture sont caractérisées par quatre niveaux qui sont les suivants:

- T0 Eau courante potable: provenant de la station expérimentale;
- T1 100% Eau usée brute: qui est récupérée à partir du rejet final,, des eaux de l'aval de la station route de Tunis; situé sur la route national n :88, qui est un effluent de l'oued Kebir Est.

- T2 Un mélange de 50% eau usée et 50% eau usée Traite
- T3 (EUT fin de l'exercice du traitement situer vers l'aval).

5- Sol

Tableau III-2: propriétés physiques des sols utilisés.

Sol	Sol (A) Tomate	Sol (B) Haricot vert
Granulométrie		
Argile (%) 0-2 μm	44	16
Limon (%) 2-50 μm	16	20
Sable (%) $\geq 50 \mu\text{m}$	40	64
Texture	Argilo-sableux	Sablo-limoneux
Densité apparente	1.06	1.25
Humidité pondérale (kg/dm^3) à la capacité au champ	32.5%	24%
Point de flétrissement	11%	7%

5- Conduite de l'essai

5-1- Préparation des pots :

- Mettre d'abord une couche de gravier pour le drainage ;
- Ajouter un sol limoneux ;
- Ajouter de l'argile pour sa caractéristique d'une meilleure rétention d'eau ;
- Rajouter une couche superficielle du sol limoneux ;
- Irriguer avec l'eau potable normale ;
- Ajouter de l'engrais N P K : 10.10.10 ;
- Irriguer les pots et les laisser 24 heures afin que l'engrais se dissolve.

5-2- La plantation :

Elle est effectuée le 20/04/2005, elle est faite deux jours après la préparation des pots pour que l'engrais devienne soluble.

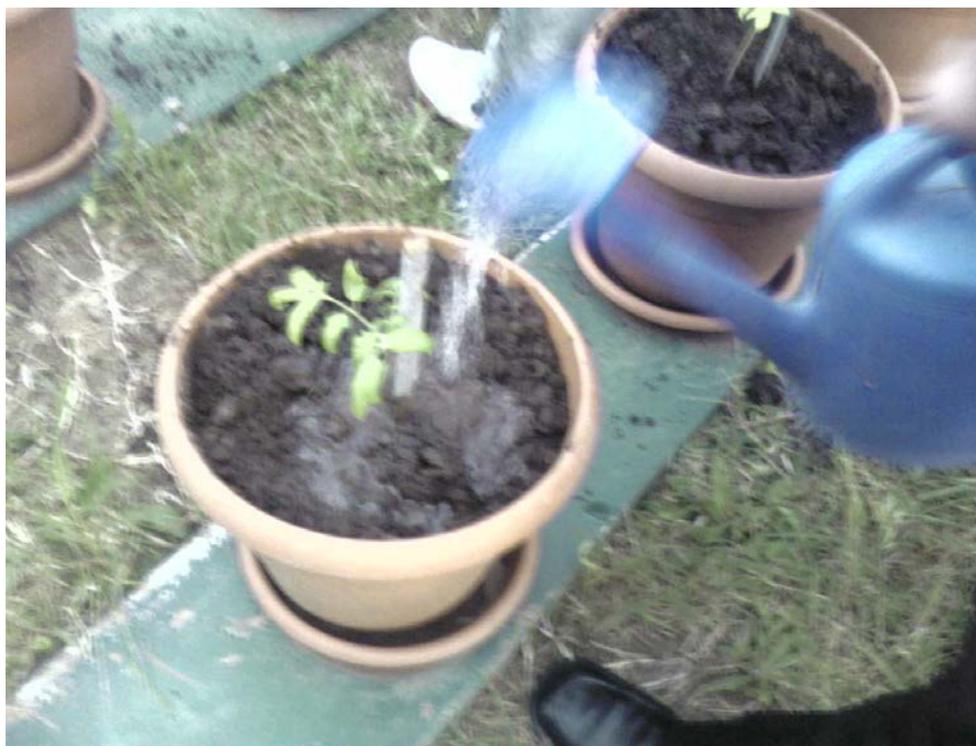


Photo III-1 : La mise en place de la culture (Djouda et Bouzou, 2007)

5-3- Soins cultureux

5-3-1- Désherbage

Compte tenu du faible développement des mauvaises herbes, le désherbage s'est fait manuellement.

5-3-2- Traitement phytosanitaire

Aucun traitement phytosanitaire n'a été réalisé.

5-3-3- La fumure

L'addition de N P K 10.10.10 s'est fait au moment de la préparation des pots.

5-4- La récolte

Les fruits sont récoltés manuellement au stade de maturation et de consommation, seuls les fruits bien formés et bien matures ont été récoltés.

5-5- L'arrachage des plants

L'arrachage des plants a été effectué à la fin de la récolte pour chaque traitement.

6- Le dispositif expérimental

Dans cette expérience, le dispositif expérimental comporte (10) répétitions avec quatre (04) traitements:

- (To) Eau courante;
- (T1) Eau usée brute;
- (T2) Un mélange de 50% eau usée brute et 50% eau traité;
- (T3) EUT eau usée traité.

Le dispositif expérimental est représenté dans la figure suivante :

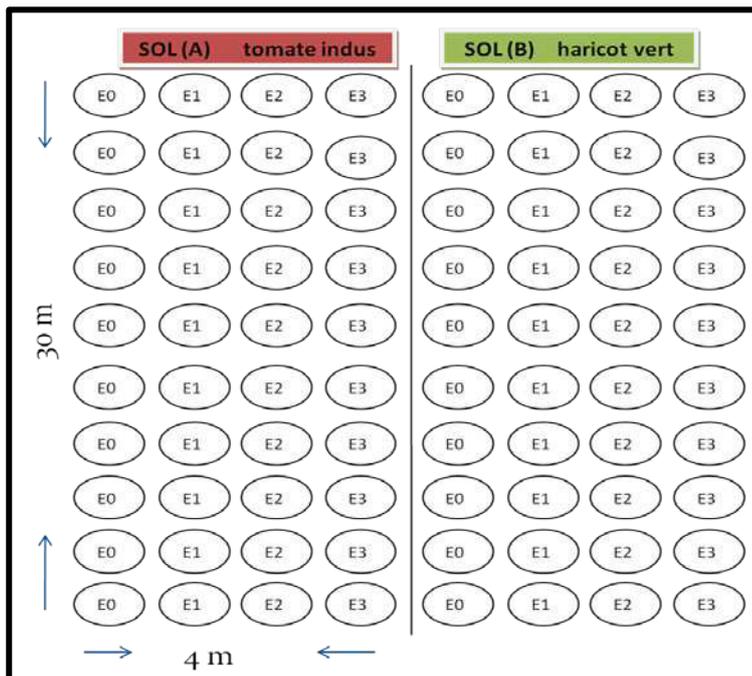


Figure III-1 : Le dispositif expérimental



Photo III-3 : Le dispositif expérimental (Djouda, 2007 ;Bouzou 2011)

7- Paramètres étudiés :

La valorisation des eaux résiduaires a été appréciée par la notation des paramètres suivants :

- Paramètres morphologiques,
- Paramètres de floraison,
- Paramètres de production.

8- Méthodes et mesures :**8-1- Méthodes d'analyse d'eau :****8-1-1-Méthode d'analyses physico-chimiques :**

Les analyses physico-chimiques des eaux ont été réalisées au niveau du laboratoire de la station d'épuration à El Kala.

A- Analyses physiques:**a- La température:**

Elle est mesurée à l'aide du thermomètre. On a trois échantillons (eau brute, eau du bassin d'aération et eau de sortie).

b- Les matières en suspension:*** Matériels utilisés:**

- Becher ;
- Pipette ;
- Ensemble de filtration ;
- Etuve ;
- Balance de précision.
- Les échantillons à analyser (eaux brutes, eaux de sortie et du bassin d'aération)

*** Mode opératoire:**

1- Mesurer le poids du papier filtre vide par une balance de précision ;

1- Le mettre sur l'ensemble de filtration ;

3- Mettre 100 ml de la solution (l'échantillon) ;

4- Accélérer la vitesse de filtration à l'aide d'une pompe ;

5- Répéter l'opération avec les deux autres échantillons ;

6- Mettre chaque papier filtre sur une assiette spéciale ;

7- Les mettre dans l'étuve pendant 02 heures ou plus à une température de 150°C pour le séchage ;

8- Les mettre dans le dessiccateur pendant 30 minutes pour les refroidir en absorbant l'humidité ;

9- Mesurer le poids du papier filtre avec les matières en suspension (P2) ;

10- Enfin, calculer le poids des matières en suspension pour chaque échantillon par la méthode suivante:

$$P = \frac{P_2 - P_1}{10^6}$$

P : le poids du MES (mg) P/100ml MES (mg/l)

B- Analyses chimiques:**1- pH :**

Est mesuré par un pH-mètre.

2- La conductivité:

Elle a pour appareil de mesure un conductimètre.

3- Demande chimique en oxygène (DCO) :

Elle convient à la quantité d'oxygène dissoute dans l'eau.

*** Matériels utilisés :**

- Spectrophotomètre ;
- Becher ;
- Pipette volumétrique ;
- Réacteur à DCO ;
- Eau distillée ;
- Des tubes contenant le réacteur à digestion pour DCO ;
- Eaux usées: on a trois échantillons: eau brute, eau du bassin d'aération et eau de sortie.

*** Mode opératoire:**

- 1- Homogénéiser 100 ml de l'échantillon pendant 30 secondes dans un mixer (pour les échantillons riches en particules solides, accroître le temps d'homogénéisation) ;
- 2- Pour la gamme de 200 à 15 000 mg/l, verser l'échantillon homogénéisé dans un bêcher de 250 ml et agiter lentement avec un agitateur magnétique ;
- 3- Mettre le réacteur à DCO sous tension. Préchauffer jusqu'à 150°C. Placer l'écran de protection devant le réacteur ;
- 4- Enlever les capuchons des deux tubes de réactif à digestion pour DCO. Choisir les tubes adaptés à la concentration ;
- 5- Tenir un tube incliné à 45°: utiliser une pipette volumétrique pour transférer 2.00ml de l'échantillon dans le tube (l'échantillon préparé). Utiliser une pipette Tensette ;
- 6- Tenir l'autre tube incliné à 45°: utiliser une pipette volumétrique pour transférer 2.00ml d'eau déionisée dans le tube (blanc). Utiliser une pipette Tensette ;
- 7- Refermer soigneusement les tubes. Les rincer avec de l'eau déionisée et les essuyer avec une serviette en papier propre;
- 8- Tenir les tubes par le capuchon du dessus d'un évier. Retourner doucement à plusieurs reprises pour homogénéiser. Placer les tubes dans le réacteur DCO préchauffé. Les tubes deviendra très chauds durant la digestion.
- 9- Chauffer les tubes pendant deux (02) heures ;

10- Mettre le réacteur hors tension. Attendre environ 20 minutes afin de laisser refroidir les tubes à moins de 120°C ;

11- Retourner plusieurs fois les tubes individuels pendant qu'ils sont encore chauds. Placer les tubes dans un support de cuve et les laisser refroidir à température ambiante ;

12- Passer à la section détermination par colorimétrie.

4-Demande biologique en oxygène (DBO₅)

La DBO₅ la quantité d'oxygène nécessaire au développement des microorganismes.

Suite à la difficulté de la réalisation de l'analyse de la DBO₅, on utilise la relation suivante: DBO₅= 60% de la DCO.

5- Azote ammoniacal:

Méthode au salicylate 0,02 à 2, 50 mg/l en NH₃-N

Dans cette analyse, on utilise le spectrophotomètre.

1- Pipeter 2,0 ml de l'échantillon dans un tube AmVer de réactif de dilution pour l'azote ammoniacal, gamme basse (l'échantillon préparé) ;

2- Pipeter 2,0ml d'eau sans ammoniac dans un autre tube AmVer, gamme basse (le blanc ;

3- À l'aide d'un entonnoir, transférer le contenu d'une pochette de réactif au salicylate d'ammoniac dans chaque tube ;

4- À l'aide d'un entonnoir, transférer le contenu d'une pochette de réactif au cyanate d'ammoniac dans chaque tube ;

5- Refermer convenablement les tubes et agiter jusqu'à la dissolution du réactif en poudre ;

6- Appuyer sur l'icône représentant la minuterie. Appuyer sur OK. Une période de réaction de 20 minutes va commencer ;

7- Essuyer l'extérieur du blanc (tube) et l'introduire dans le compartiment de cuve ;

8- Appuyer sur Zéro l'indication suivante apparaît à l'écran 0,00 mg/l NH₃-N ;

9- Essuyer l'extérieur du tube contenant l'échantillon préparé et l'introduire dans le compartiment de cuve ;

10- Lire les résultats.

6- Nitrates:

Méthode à l'acide chromatopique

1- Utiliser un spectrophotomètre.

Sélectionner le programme Hach 344, Nitrate GHTNT. Appuyer sur démarrer ;

2- Retirer le capuchon d'un tube de réactif A Nitra Ver X et pipeter 1,00 ml de l'échantillon (le blanc) ;

3- Refermer le tube et le renverser dix fois pour homogénéiser ;

4- Essuyer l'extérieur du blanc (tube) et l'introduire dans le compartiment de la cuve ;

5- Appuyer sur Zéro l'indication suivante apparaît à l'écran 0,00 mg/l NO₃-N ;

6- Retirer le tube de l'appareil. A l'aide d'un entonnoir, transférer le contenu d'une pochette de réactif B Nitra Ver X dans le tube ;

7- Refermer et renverser dix fois pour homogénéiser (échantillon préparé). Certaines particules solides ne se dissoudront pas ;

8- Appuyer sur l'icône représentant la minuterie. Appuyer sur OK.

Une période de réaction de 05 minutes va commencer ;

Ne plus retourner le tube. Une coloration jaune apparaîtra en présence de nitrates ;

9- Dans les 05 minutes après le retentissement de la minuterie, essuyer l'extérieur du tube contenant l'échantillon préparé et l'introduire dans le compartiment de cuve ;

10- Lire les résultats.

7- Nitrites:

Méthode Diazotation 0,003 à 0,500 mg/l NO₂-N

1- Utiliser un spectrophotomètre.

Appuyer sur programme Hach. Sélectionner le programme 345 N. Nitrite GBTNT. Appuyer sur démarrer.

2- Pipeter 05 ml de l'échantillon dans un tube NitriVer 3 pour nitrite ;

3- Refermer le tube et agiter jusqu'à la dissolution du réactif en poudre (échantillon préparé).

Une coloration rose se développera en présence de nitrites ;

4- Appuyer sur l'icône représentant la minuterie. Appuyer sur OK. Une période de réaction de 20 minutes va commencer ;

5- Lorsque la minuterie retentit, transférer 05 ml de l'échantillon dans un tube vide (le blanc) ;

6- Essuyer l'extérieur du blanc (tube) et l'introduire dans le compartiment de la cuve ;

7- Appuyer sur Zéro, l'indication suivante apparaît à l'écran 0,000 mg/l NO₂-N ;

8- Essuyer l'extérieur du tube contenant l'échantillon et l'introduire dans le compartiment de la cuve ;

10- Lire les résultats.

8- Les analyses microbiologiques des eaux :

Les analyses microbiologiques des eaux ont été réalisées au niveau du laboratoire du secteur sanitaire El Kala. On a utilisé 3 tubes de 10 ml, 3 tubes de 1 ml et 3 tubes de 0,1ml, cette méthode est appelée la méthode 3 3 3.

8-1-2-Paramètres morphologiques :**A- La hauteur moyenne des plants (cm) :**

Elle a été mesurée en quatre (04) périodes : au moment de la plantation, au début de la phase de floraison, en pleine floraison et enfin à la récolte des plants. Ces mesures ont été réalisées pour tous les traitements du collet jusqu'au bourgeon terminal de la plante.



Photo III-4 : La mesure de la hauteur moyenne des plants avant la plantation (Djouda & Bouzou, 2011)

B- Diamètre moyen des tiges (cm):

Comme pour la taille, le diamètre du collet des plants est mesuré en même temps que la taille en utilisant un pied à coulisse.

8-2- Paramètres de floraison :**A- Le nombre moyen de fleur par plant :**

On calcule le nombre de fleur pour chaque plant d'un même traitement et on calcule la moyenne.

B- Le taux d'avortement :

Il est mesuré par la division du nombre moyen des fleurs et le nombre moyen des fruits.

8-3- Paramètres de production :**A- Nombre moyen des fruits :**

On mesure le nombre des fruits par plant et par traitement.

B- Production moyenne totale par plant :

Elle est calculée à partir du poids des fruits récoltés par plants.

8-4- Paramètres de qualité :**A- Diamètre moyen des fruits (cm) :**

Comme pour le diamètre des tiges, la mesure du diamètre des fruits est ainsi prise à l'aide d'un pied à coulisse. Il est calculé après récolte par plant pour chaque traitement.

B- Longueur des racines (cm) :

Les mesures de la profondeur des racines dans le sol sont réalisées pour chaque plant et pour chaque traitement après arrachage des plants à la fin de la récolte à l'aide d'une règle graduée.



Photo III-5: La mesure de la longueur des racines avant la plantation (Djouda & Bouzou,2011)

- *pot (diamètre de 80 cm, hauteur est de 60 cm)
- *simple règle graduée
- *Pied à coulisse
- *photomètre a flamme
- *spectre photomètre absorption atomique à flamme
- *Méthode de colorimètre (dosage ,phosphore)
- *Multi paramètre
- *absorption atomique électrothermique.(métaux lourd)
- * Le logiciel utilisée le SPS et le Q2

9-Méthodes

9.1.Echantillonnage et mesure de croissance:

Pour les deux cultures les prélèvement des feuilles de tiges des racines et des fruits , ont été faite à la fine de la production , tout le long du cycle végétatif.

9-2.Mesure de la croissance pondérale :

La croissance pondérale a été déterminée par les masses de matières fraîche et sèche pour une moyenne de 10 répétition chaque répétition étant constituée de 4 à 6 plants prélevés pour chaque pots.

9-3.Mesure de la croissance en longueur :

Les longueurs des tiges et les partie aérienne comme les feuilles ont été mesuré à l'aide d'une toise. Les valeurs données sont les longueurs moyennes de 10 répétitions, chaque répétition est-elle même une moyenne des mesures effectuées sur 6 à 15 plants.

Le sol a été irrigué de manière à être maintenu à 70% de sa capacité au champ environ 7kg/pot.

Pour éviter les problèmes liés à la germination, les graines ont germé dans des boites de pétri ; elles ont par la suite été repiquées.

La production de matière sèche a été déterminée pour tous les traitements considérés.

9.4.Echantillonnage et mesure de croissance :

Pour les deux essais, une période de croissance de 70 jours a été adoptée. A la fin de cette période, les parties aériennes ont été prélevées pot par pot et pesées en vue de la détermination de la matière fraîche puis séchées à 80°C jusqu'à un poids constant.

9.5.Analyse chimique :

Les échantillons prélevés pour la détermination de la croissance ont été utilisée pour l'analyse de la composition chimique. L'analyse a été réalisée sur chaque partie (feuilles, tiges, racines et fruits) séparément.

Après la détermination de la matière sèche, tous les échantillons pris individuellement ont été broyés finement. La poudre végétale obtenue a par la suite été minéralisée de différentes manières pour prendre en compte l'ensemble des éléments à doser.

9.6.Dosage de l'azote kjeldhal :

L'azote a été déterminé par la méthode Kjeldhal. La minéralisation à l'acide sulfurique a été suivie d'une distillation à l'aide d'un appareil Buchi. Les ions ammonium ont été récupérés dans l'acide borique puis titrés avec de l'acide chlorhydrique N/20.

9.7.Dosage des chlorures :

L'extraction a été faite par action de HNO₃ à 5% et à froid. Le dosage par colorimétrie a été effectué en présence de gélatine et d'un tampon acétique. Pour nos premières déterminations, nous avons utilisé un chloridimètre Buchler.

9.8.Dosage du bore :

La poudre végétale a été calcinée à 500°C pendant 4 heures, la reprise des cendres a été faite avec de l'acide acétique à 25%. Le développement de la couleur en présence de dianthrimide et sulfate d'hydrazine se fait à 90°C pendant 3 heures. Le dosage a été effectué par colorimétrie à 620 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible Perkin Elmer Lambda3.

9.9. Dosage du soufre total :

Le dosage des sulfates a été effectué par gravimétrie à l'état de BaSO₄. L'attaque de la matière végétale se fait avec de l'acide nitro-perchlorique à chaud. La précipitation de SO₄⁻ se fait avec BaCl₂ à 10% et à chaud. Après filtration et lavage jusqu'à la disparition des chlorures, le précipité a été calcine puis pesé.

Dosage de Ca, Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Na, k, p, Pb et Zn :

9.10. Préparation du matériel :

Pour l'ensemble de ces éléments, nous avons retenu l'attaque nitro-perchlorique. Le poids de la poudre végétale, la quantité d'acides ainsi que le volume final ont été modifiés selon la concentration présumée des éléments et de la limite de détection des appareils.

On utilise généralement 0.5 g/100 ml pour les éléments majeurs et 2 g/50 ml pour les microéléments.

9.11. Dosage de calcium, potassium et sodium :

Les dosages de Ca, K et Na ont été faits en émission de flamme soit sur le minéralisant directement soit après dilution à l'aide d'un photomètre à flamme de type Eppendorf.

9.12. Dosage du cobalt, cuivre, fer, magnésium, manganèse et zinc.

Ces éléments ont été dosés en absorption atomique avec flamme. Pour Zn, Cu et Mn, les dosages ont généralement été directement faits sur les minéralisâtes. Pour Mg et Fe, les dosages ont été réalisés sur les minéralisâtes dilués au chlorure de lanthane à 5% pour corriger les interférences. Les mesures ont été réalisées au moyen d'un spectrophotomètre d'absorption atomique Perkin Elmer 2380.

9.13. Dosage du cadmium et plomb

Les niveaux de concentration de ces éléments étaient trop faibles pour permettre une mesure correcte en absorption atomique en flamme. A cet effet, nous avons dû refaire certains dosages en augmentant le poids de la poudre et en réduisant le volume final, par la suite, nous avons réalisé des mesures en absorption atomique électrothermique. Le matériel utilisé était un four graphite HGA 400 - Perkin Elmer.

9.14. Dosage du phosphore

Le phosphore a été dosé par colorimétrie au vanadomolybdate à 436 nm.

10. Caractérisation des eaux

Les eaux usées traitées ont été prélevées au niveau du périmètre irrigué, directement, à partir de la prise de la station de traitement et sont conservées au froid pour analyse des paramètres physicochimiques.

10.1. Caractérisation physico-chimique des EUT

Le pH et la conductivité électrique des EUT ont été déterminés selon les protocoles de l'AFNOR (° NF T 90-008 et NF EN 27888) en utilisant un pH-mètre de type metertoldo et un conductimètre de type HANNA INSTRUMENT HI 9900. La demande chimique en oxygène (DCO), les matières en suspensions (MES), la Demande Biochimique en Oxygène (DBO5) et le phosphore total ont été mesurés selon les protocoles de l'AFNOR (NF T 90-018, NF EN 872, NF T 90-103, NF EN 1189). Les anions et les cations ont été déterminés par chromatographie ionique. Les métaux lourds ont été dosés par absorption atomique après digestion acide à l'eau régale (NF EN ISO 15587-1). L'alcalinité totale est mesurée par titration au HCl (NF EN ISO 9963-2).

10.2. Conductivité électrique de la pâte saturée (CEs):

Elle est mesurée selon la méthode préconisée par le laboratoire de Riverside (US Salinity Laboratory Staff ; Richards, 1954).

Dans une capsule à couvercle, une masse de 100 g de sol séché et tamisé à 2mm est introduite. Une pâte est préparée en ajoutant une quantité d'eau distillée et en la malaxant à l'aide d'une spatule, jusqu'à saturation. A saturation la pâte brille à la lumière, s'écoule légèrement à l'inclinaison de la capsule et glisse librement le long de la spatule. Ensuite, la capsule est fermée et laissée plusieurs heures au repos. La pâte est ensuite centrifugée à 4000 t/min durant une vingtaine de minutes. L'extrait obtenu est utilisé pour la mesure de la conductivité par un conductimètre de type Hanna instrument HI9932.