

N° Ref :.....

Centre Universitaire de Mila

Institut des Sciences et de la Technologie

Département des Sciences de Nature et de la Vie

Mémoire préparé En vue de l'obtention du diplôme de Master en

- Filière : Biologie

- Spécialité : Biologie Appliquée et Environnement

- Option : Biochimie et Microbiologie Appliquée

Thème

**Recherche et dosage des résidus de pesticides dans les légumes
cultivés sous serre dans trois régions de l'est algérien**

**Préparé par : BENARDJOUNA Oumayma
LEKHNAFER Amira**

Soutenue devant le jury :

- | | | | |
|-----------------------------------|-------|-----|------------------------------|
| - Président : BOUNAMOUS Azzedine | Grade | MCB | Centre Universitaire de Mila |
| - Examineur : BENMAKHLOUF Zoubida | Grade | MAA | Centre Universitaire de Mila |
| - Promoteur : KELLAB Rabah | Grade | MAA | Centre Universitaire de Mila |

Remerciement

A la fin de ce travail nous adressons nos sincères remerciements à notre Dieu le grand créateur qui nous a guidés dans nos travaux pour aboutir à ces résultats.

La réussite d'une mémoire doit beaucoup à l'environnement scientifique et humain dans laquelle elle se déroule.

Nous exprimons nos reconnaissances à tous ceux et celles qui, par leur soutien, leur aide et/ou leurs encouragements, ont contribué, de près ou de loin, à la concrétisation de ce travail.

Nous exprimons nos profonds remerciements à notre promoteur, Prof Mr KALLAB RABAH pour l'aide compétente qu'il nous a apportée, pour sa patience, sa confiance, son encouragement, et son œil critique qui nous a été très précieux pour structurer le travail et pour améliorer la qualité des différentes sections de notre mémoire, Malgré ses multiples occupations. Nous le remercions vivement.

Et nous exprimons nos remerciements aussi à bounammous azzadine et belmakhlouf zoubida

Ce travail a été réalisé au laboratoire de l'université de Mila, Nous remercions très sincèrement tous nos camarades de laboratoire de l'université de Mila qui nous avons toujours un excellent climat de travail.

Nos remerciements s'adressent au chef de Laboratoire de l'Université de Jijel pour avoir permis d'effectuer les dosages de résidus de pesticides dans certaines cultures dans ce laboratoire.

Nous remercions sincèrement nos familles qui nous donnent l'encouragement et dans tous les jours la force et le courage de prendre la vie du bon côté et de toujours voir la réalité de façon positive. Merci pour votre gentillesse et votre amabilité.

Nous n'oublierons pas de remercier chaleureusement Madame Soumaya de laboratoire de l'université de Jijel pour l'aide de l'analyse des résidus de pesticides de notre échantillon.

À tous ceux et celles qui m'ont assisté de près ou de loin pour la réalisation de ce travail et dont les noms n'ont pas été mentionnés. Qu'ils trouvent ici gage de nos reconnaissances.

Nous adresse nos plus vifs remerciements.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dédicace

Je dédie ce travail :

A ma mère : Wassila

A mon père : Saïde

A ma sœur : Selma

A mes frères : ayyoub, Hassni et Nidale

A mes amies : Rima, Houria, Amira et Meryem.

Benardjouna oumayma

2013/2014

Dédicace

*A mon dieu qui nous a donné le courage pour
terminer notre projet.*

*A mes parents qui m'ont inculqué un esprit de
combativité et de persévérance et qui m'ont toujours
poussé et motivé dans mes études.*

Sans eux certainement je ne serais pas à ce niveau.

*A mes sœurs et mes frères qui occupent une place particulière
dans mon cœur.*

*Je vous dédie ce travail et je vous souhaite un avenir
radieux, plein de bonheur et succès*

A mon fiancé

A tous mes amis (es) et tous mes collègues

A toute Personne qui me connaît.

Amira

LISTE DES ABBREVIATIONS

A.C.T.A : Association de Coordination Technique Agricole.

A.F.S.S.A : Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments.

C.E.E : Communauté Economique Européenne.

C.E.A.E.Q : Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec.

C.L 50 : Concentration Létal.

C.P.G : Chromatographie en Phase Gazeuse.

C.P.L : Chromatographie en Phase Liquide.

D.J.A : Dose journalier Admise.

DL 50 : Dose létale 50.

D.S.E : Dose Sans Effet.

D.R.F : Dose de Référence Aigue.

D.S.E.O : Dose sans effet observé.

F.A.O : Food and Agricultural Organization.

F.R.E.D.E.C : Fédération Régionale de Défense Contre les Ennemis des Cultures.

I.N.R.A : Institut National de la Recherche Agronomique.

I.P.C.S: International Program on Chemical Safety.

L.M.R : Limite Maximale de Résidus.

Na. Cl : Chlorure de sodium.

I.N.R.S : Institut National de Recherche et de Sécurité.

O.P.D.C.S.E.T : Office Parlementaire D'évaluation Des Choix Scientifiques Et Technologique.

O.R.S.B : Observatoire Régional de Santé de Bretagne.

PPm : Parti Par million.

T.C : Concentration Tolérable.

T.M.R : Teneur Maximale en Résidus

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I : Catégorie de toxicité aigüe	16
Tableau II : Les différentes normes de résidus recommandées pour les pesticides utilisés dans notre recherche.....	18
Tableau III : Les propriétés physico-chimiques des produits étudiés	31
Tableau IV : Répartition des différents pesticides, doses, et régions où sont cultivés les légumes.....	32
Tableau V : Révélation du temps de rétention du chlorpyrifos dans la tomate de Bejaia.....	43
Tableau VI : les Résultat de dosage des résidus de chlorpyrifos dans la tomate (Aokas et Ain-Naga) et la courgette (Sidi-Abdelaziz) par (CPG- SM)	48
Tableau VII : les résultats trouvés sur tomate (Aokas) et sur concombre (Sidi-Abdelaziz)..	50
Tableau VIII : le résultat trouvé sur tomate (Ain-Naga).....	51

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Dérive impliquée par un ventilateur pulvérisant.....	8
Figure 2 : Voies et mécanismes de dispersion dans l'environnement.....	11
Figure 3 : Diagramme mettant en évidence le devenir des pesticides dans l'organisme.....	12
Figure 4 : principaux processus de dissipation des herbicides dans l'environnement	13
Figure 5 : Principales étapes d'une procédure analytique utilisée pour la détermination des pesticides.....	18
Figure 6 : Principe d'extraction des pesticides contenus dans une solution aqueuse.....	19
Figure 7 : les différents constituants d'un (CPG).....	20
Figure 8 : La station d'Ain Naga (Biskra).....	22
Figure 9 : La station de sidi-Abdelaziz (Jijel).....	22
Figure 10 : La station d'étude d'Aokas (Bejaia).....	23
Figure 11 : Lieu de l'essai des traitements des pesticides.....	27
Figure 12 : filtration de homogénat sous faible pression dans un entonnoir de Buchner.....	34
Figure 13 : séchage la phase organique par ($\text{Na}_2 \text{SO}_4$).....	35
Figure 14 : concentration la phase organique de volume 200ml à 1ml Par rotavape.....	35
Figure 15 : 1ml de concentra dans un ballon.....	36
Figure 16 : 1ml de concentra dans un flacon.....	36
Figure 17 : les méthodes d'extractions des pesticides.....	37
Figure 18 : La chromatographie en phase gazeuse(CPG).....	38
Figure 19 : Chromatographie en phase gazeuse couplée avec spectrométrie de masse.....	39
Figure 20 : dégâts des noctuelles sur tomate.....	41
Figure 21 : Chromatogramme du chlorpyrifos dans la tomate Aokas.....	42
Figure 22 : Spectre de masse de différents composés d'échantillon de tomate Aokas.....	42
Figure 23 : Le pic de chlorpyrifos dans échantillon de tomate Aokas.....	43
Figure 24 : Mildiou de tomate.....	44

Figure 25 : Chromatogramme du chlorpyrifos dans la tomate d'Ain-Naga.....	44
Figure 26: Spectre de masse d'échantillon de tomate Ain-Naga.....	45
Figure 27 : Le pic de chlorpyrifos dans échantillon de tomate Ain-Naga.....	45
Figure 28: L'oïdium de courgette	46
Figure 29 : Chromatogramme du chlorpyrifos dans la courgette	46
Figure 30 : Spectre de masse d'échantillon de la courgette.....	47
Figure 31 : le pic de chlorpyrifos dans échantillon de courgette.....	47
Figure 32 : la variation des trois paramètres (T, S, H) du pic de Chlorpyrifos réalisé par CPG-SM pour tomate de Ain-Naga, tomate de Aokas et courgette de Sidi-Abdelaziz	48
Figure 33 : de bactériose de concombre.....	49
Figure 34 : d'Alternariose de tomate.....	50
Figure 35 : la variation des trois paramètres (T, S, H) du Mancozèbe réalisée par CPG-SM pour tomate de Ain-Naga et concombre (Sidi-Abdelaziz).....	51
Figure 36 : la variation des trois paramètres (T, S, H) du pic de N-(phosphonométhyl) glycine réalisé par CPG-SM pour (tomate d'Ain-Naga),.....	52

SOMMAIRE

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES PESTICIDES

INTRODUCTION

<i>I.1. Définition</i>	3
I.2. Historique.....	3
I.3. Classification des pesticides.....	4
I.3.1. Classification en fonction du type d'organisme nuisible ciblé.....	4
<i>I.3.2. Classification des pesticides selon leur nature chimique</i>	5
I.3.3. Classification des pesticides selon leur mode d'action.....	6
I.4. Les différents types de pesticides et leurs caractéristiques.....	6
<i>I.4.1. Les produits phytosanitaires, ou phytopharmaceutiques</i>	6
I.4.2. Les produits biocides.....	6
I.5. Composition et formulation de pesticide.....	6
<i>I.5.1. Composition de pesticide</i>	6
I.5.2. La formulation de pesticide.....	7
I.6. Caractéristiques des pesticides.....	8
<i>I.6.1. Propriétés physico-chimiques</i>	8
I.6.2. Dispersion dans l'atmosphère.....	9
I.6.3. Dispersion des pesticides dans l'environnement.....	9
I.7. Application et devenir du pesticide dans l'organisme cible et l'environnement.....	11
I.8. Rétention et dégradation des pesticides dans le sol.....	13
I.8.1. La Rétention des pesticides dans le sol.....	13
I.8.2. La dégradation des pesticides dans le sol.....	13

I.8.2.1. La dégradation abiotique.....	13
I.8.2.2. La dégradation biotique.....	14
I.9. Conséquences de l'utilisation des pesticides	14
I.9.1. Effets sur l'homme.....	14
I.9.1.1. Exposition des populations aux pesticides.....	15
I.9.1.2. Les voies d'exposition aux pesticides.....	15
I.9.1.3. Les facteurs influencés sur la toxicité des pesticides pour l'homme.....	15
I.9.1.4. Toxicité des pesticides	15
I.10. Les résidus des pesticides.....	

CHAPITRE II : LES RESIDUS DES PESTICIDES

II.1. Définition des résidus des pesticides.....	17
II.2. Elaboration des limites maximales des résidus.....	17
II. 2.1. La Dose Journalière Admissible (DJA).....	17
II. 2.2. La dose sans effet observé (DSE).....	17
II.2.3. Limite maximale de résidus (LMR).....	17
II.3. Etapes d'analyse des résidus de pesticides.....	18
II. 3.1. Échantillonnage.....	18
II 3.2. Préparation de l'échantillon.....	19
II. 3.3. Les techniques d'extraction.....	19
II. 4. Détermination des pesticides.....	20
II. 4.1. La chromatographie en phase gazeuse (CPG).....	20
II. 4.2. La chromatographie en phase liquide (CPL).....	20
II. 4.3. Détection par la spectrométrie de masse	21

CHAPITRE II: MATERIEL ET METHODES

III.1. LES ZONS D'ETUDE

III.1.1.Présentation des Stations d'étude.....	22
III.1.1.1. Station d'Ain Naga (Biskra).....	22
III.1.1.2. Station de Sidi-Abdelaziz (Jijel).....	22
III.1.1.3. Station d'Aokas (Bejaïa).....	23
III.1.2. Les données édaphiques.....	23
III.1.2.1. Relief.....	23
III.1.2.2. Le Sol.....	23
III.1.3. Données climatiques.....	23
III.1.3.1. La température.....	23
III.1.3.2. Le vent	23
III.2.1. MATERIEL ET METHODES.....	25
III.2.1.1. Matériel végétal.....	26
III.2.1.2. Les pesticides	27
III.2.1.2.1. Chlorpyrifos.....	28
III.2.1.2.2. N-(phosphonométhyl) glycine.....	29
III.2.1.2.3. Mancozèbe.....	30
III.2.2. Les Méthodes	32
III.2.2.1. Méthode de préparation des échantillons.....	32
III.2.2.1.1. Principe de la technique proposée par Steinwandier.....	32
III.2.2.1.2.Préparation de l'échantillon.....	32
III.2.2.1.3. Préparation de la solution aqueuse d'échantillonnage.....	33
III.2.2.1.4. Extraction.....	33
III.2.2.1.5. Partage acétone/eau/dichlorométhane (2 : 1 : 1.5).....	33
III.2.2.2. Méthode de Dosage des pesticides	38
III.2.2.2.1.Principe de fonctionnement de (CPG).....	38

III.2.2.2.2. Principe de fonctionnement de (SM).....	39
III2.2.2.3. Appareillage et Conditions opératoires de la Chromatographie en phase gazeuse- Spectrométrie de masse (CPG-SM)	39

CHAPITRE IV : LES RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Les Résultats de dosage des résidus du Chlorpyrifos par (CPG-SM) dans les échantillons étudiés.	41
IV.1.1. Les résidus dans la tomate d'Aokas (Bejaia)... ..	41
IV.1.2. Les résidus dans la tomate d'Ain-Naga (Biskra).....	44
IV.1.1.3. Les résidus dans la courgette (Sidi-Abdelaziz).....	45
IV.2. Les resultats de dosage des résidus de fongicide Mancozèbe (Curzate) dans la tomate d'Aokas et dans le concombre (Sidi-Abdelaziz) et dosage des résidus d'herbicide N- (phosphonométhyl) glycine (Rophosate) dans la tomate (Ain- Naga).....	49

CHAPITRE V : DISCUSSION GENERALE ET CONCLUSION

V.1. DISCUSSION GENERALE.....	53
V.2. CONCLUSION.....	56

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

INDRODUCTION

Les interactions négatives entre l'homme et l'environnement, l'impact des activités de l'homme sur son écosystème et les résultats des modifications de l'environnement sur la santé doivent être gérées avec toutes les conséquences dans les secteurs de l'économie, de l'aménagement et de la santé publique.

Les pesticides, suite à une utilisation abondante et peu judicieuse, intègrent le sol, l'eau et les végétaux. La réduction de leur impact environnemental nécessite donc de comprendre principalement les processus auxquels ils sont soumis dans les sols, de rétention (La rétention des phytosanitaires dans les sols d'après est un processus important car il régule leur persistance, leur biodisponibilité, leur transfert vers les eaux, limite leur dégradation et réduit leur transfert vers les nappes d'où la rétention des pesticides au niveau du sol), de dégradation et de transfert [**Ariaz-Estevez et al., 2008**].

Ils se dissipent dans les différents compartiments du milieu naturel par volatilisation, entraînement vers les eaux de surface par ruissellement, transfert vertical à travers les sols, photolyse et absorption par les organismes vivants. Ils peuvent, ainsi, entraîner des effets négatifs sur la santé des hommes [**Boldt et Jacobsen, 2006**].

Les produits phytosanitaires n'ont pas les mêmes effets car les fongicide et herbicide, par exemple, sont à l'origine d'une réduction de la croissance des bactéries alors que d'autres, provoquent un changement parmi les espèces des communautés bactériennes. [**Widenfalk et al., 2008**].

Certains insecticides organophosphorés réduisent l'activité et la biomasse des micro-organismes, tandis que d'autres peuvent conduire à une augmentation de la biomasse microbienne. [**Eisenhauer et al., 2009**].

Selon [**Komarek et al., 2010**], les résidus sont, le plus souvent, des pesticides non transformés, leurs métabolites, leurs produits de dégradation ou de réaction et peuvent provoquer des intoxications (différents types de toxicité) donc des effets néfastes sur la santé.

La véritable forme d'intoxication ou intoxication alimentaire est due à la consommation des aliments traités par les pesticides, notamment, lors du non-respect des délais de rémanence.

La détermination des résidus de pesticides consiste à rechercher soit les composés initiaux, soit leurs métabolites dans les aliments avec des méthodes permettant la détection et la mesure de très faibles quantités de matières. Ainsi, la chromatographie en phase gazeuse reste la technique la plus utilisée malgré l'apparition de nouvelles méthodes.

L'objectif général de notre étude est d'évaluer les teneurs résiduelles de pesticides dans certaines cultures cultivées sous serre comme les tomates, courgette et Concombre

C'est dans ce contexte que le calendrier souhaité pour la réalisation de ce travail est basé sur les points suivants

L'enquête sur les pesticides utilisés sur les sites choisis tout en définissant leur nature, méthodes d'épandage, doses et la durée de traitement qui influent énormément sur la ventilation de ces produits donc d'où peuvent se déposer sur des parties non ciblées: sol, eau, insectes non nocifs (abeilles), ce qui donne un transfert de produits ou sous produits plus toxiques que les initiaux.

- Suivre périodiquement le planning du traitement.
- Prélever différents échantillons.
- Choisir trois sites (sous-serre) à conditions climatiques différentes.
- Cultures agricoles différentes la tomate, courgette et Concombre.
- Eco toxicologie.
- Facteurs engendrant des effets nocifs sur la faune et la flore.
- Chercher les méthodes analytiques les plus appropriées pour l'évaluation des résidus de pesticides.
- Prévention pour toute éventualité d'intoxication.

CHAPITRE I
GENERALITES SUR LES
PESTICIDES

I. GENERALITES SUR LES PESTICIDES

I.1. Définition

Le mot pesticide est composé de «Pest» qui signifie animal ou plante nuisibles à la culture et «cide» qui veut dire tuer. Les pesticides appelés également produits phytosanitaires, phytopharmaceutiques ou de traitement sont des poisons destinés à tuer les herbes (herbicides), les insectes (insecticides), à lutter contre les maladies cryptogamique (fongicides), ou à se débarrasser de divers animaux jugés nuisibles (raticides, nématicides...) [Loper et al., 2005].

Le décret n° 94-359 du 5 mai 1994 relatif au contrôle des produits phytopharmaceutiques, les substances, les préparations contenant une ou plusieurs substances actives et les produits composés en tout ou en partie d'organismes génétiquement modifiés, sont destinés à:

- Protéger les végétaux ou leurs produits contre tous les organismes nuisibles ou à prévenir leur action.
- Exercer une action sur les processus vitaux des végétaux, pour autant qu'il ne s'agisse pas de substance nutritive (ex : régulateur de croissance).
- Assurer la conservation des végétaux.
- Détruire les végétaux indésirables ou certaines de leurs parties, freiner ou prévenir une croissance indésirable des végétaux.

I.2. Historique

Avant l'avènement des produits phytosanitaires, les systèmes de culture étaient conçus pour assurer le meilleur compromis entre le risque phytosanitaire et le potentiel de production de la culture [Inra et Cemagref, 2005], cependant les pertes en rendement des productions agricoles dues aux maladies parasitaires très meurtrières, aux ravageurs et aux adventices (ou mauvaises herbes) pouvaient atteindre des proportions importantes [Oerke et Dehne, 1997].

Après la seconde guerre mondiale, les pesticides ont grandement contribué à l'amélioration de la santé publique en permettant, d'une part, d'éradiquer ou de limiter la propagation de maladies parasitaires et en garantissant, d'autre part, une production alimentaire de qualité et dans ce cas, ils ont constitué un progrès considérable dans la maîtrise des ressources alimentaires [OPDCSET, 2009].

I.3. Classification des pesticides

I.3.1. Classification en fonction du type d'organisme nuisible ciblé

Les produits phytosanitaires peuvent être classés en trois groupes principaux de pesticides selon leur organismes-cibles: qu'ils visent, alors on a:

a. Les insecticides

Les insecticides toutes les substances qui tuent les insectes, empêchent l'éclosion des œufs, altèrent le développement normal des larves ou la maturation sexuelle [Faurie et al., 2003].

b. Les herbicides

Selon Khadija et al., [2008], les herbicides sont plus utilisés dans le monde. Ils possèdent différents modes d'actions sur les plantes:

- Les perturbateurs de la régulation d'une hormone (l'auxine) et de la photosynthèse.
- L'inhibiteur de la synthèse des lipides, des acides aminés, de cellulose et la division cellulaire.

c. Les Fongicides

Ils servent à combattre la prolifération des champignons pathogènes et permettent de lutter contre les maladies cryptogamiques [Nicole, 2012].

Selon Khadija et al., [2008], les fongicides peuvent agir différemment sur les plantes:

- Les inhibiteurs respiratoires et division cellulaire.
- Les perturbateurs de la biosynthèse, des acides aminés, des protéines et métabolisme des glucides.

Selon Bencheikh, [2010], les trois grandes familles de pesticides mentionnées ci-dessus, différentes familles peuvent être citées comme par exemple:

- Les acaricides (contre Acariens).
- Les nématicides (contre Nématodes).
- Les rodenticides (contre Rongeurs).
- Corvicides (contre Corbeaux).

I.3.2. Classification des pesticides selon leur nature chimique

Les pesticides sont parfois classés en fonction de leur substance active, autrement dit leur groupe chimique, en trois catégories:

a. Les pesticides inorganiques

Selon **Calvet et al., [2005]**, les plus importants sont les fongicides à base de soufre et de cuivre comme la bouillie bordelaise employée pour traiter les cultures maraîchères.

b. Les pesticides organométalliques

Ce sont des fongicides dont la molécule est constituée par un complexe d'un métal (le zinc et le manganèse) et d'un anion organique dithiocarbamate, il s'agit des pesticides de la famille des dithiocarbamates [**Calvet et al., 2005**].

c. Les pesticides organiques

Ils sont très nombreux et appartiennent à diverses familles chimiques parmi les quelles on peut citer: les organochlorés, les organophosphorés, les carbamates [**Calvet et al., 2005**].

- Les organochlorés

Les chlorés, aussi connus sous le nom organochlorés (oc), en tant que biocides, sont des molécules aromatiques de synthèse possédant un ou plusieurs atomes de chlore [**Parta et Zumeta , 2002**].

Selon **Damien et al., [2010]**, les organochlorés ont une toxicité faible envers l'homme dans les conditions normales d'utilisation. Certains d'entre eux peuvent persister très longtemps dans les sols, les tissus végétaux et les graisses.

- Les organophosphorés

Ils sont définis comme dérivés de phosphore, Ces produits sont à l'inverse des organochlorés très toxiques pour l'homme et les animaux, mais sont peu rémanents dans l'environnement. Ils sont utilisés comme insecticide et leur action ne se prolonge pas dans le temps [**Damien et al., 2010**].

- Les carbamates

Ce sont des propriétés chimiques de ces molécules et de leurs formulations en spécialités qui leur apportent une capacité de lutte contre les ennemis des cultures [**Momas et al., 2004**].

I.3.3. Classification des pesticides selon leur mode d'action

Selon **Nicole**, [2012], les pesticides en contact avec leur cible peuvent agir de diverses manières :

- **Les insecticides** peuvent agir en interférant avec le système nerveux de l'insecte ou en empêchant sa mue.
- **Les herbicides** peuvent cibler le processus de photosynthèse des plantes et l'inhiber, ou encore reproduire les effets des régulateurs de croissance produits par la plante elle-même.
- **Les fongicides** interviennent notamment sur la division cellulaire des champignons sous l'attaque des spores en empêchant leur germination et sur leur processus de synthèse des acides aminés.

I.4. Les différents types de pesticides et leurs caractéristiques

Le mot pesticide recouvre en réalité deux catégories de produits distincts :

I.4.1. Les produits phytosanitaires, ou phytopharmaceutiques

Il s'agit de l'ensemble des substances utilisées pour lutter contre les maladies des plantes, les animaux ravageurs (insectes), les plantes adventices (mauvaises herbes qui colonisent les cultures [**Jean-Philippe et Christophe**, 2010]).

I.4.2. Les produits biocides

Ces produits sont utilisés, en milieu non agricole pour détruire ou repousser les nuisibles ou pour la protection des animaux domestiques ou des éléments de construction [**Nicole**, 2012].

Selon **Jean-Philippe et Christophe**, [2010], les biocides sont classés en plusieurs groupes:

- Des désinfectants et des produits biocides généraux.
- Des produits de protection et des antiparasitaires.

I.5. Composition et formulation de pesticide

I.5.1. Composition de pesticide

Un pesticide est composé de deux types de substances :

a. Une ou plusieurs substances actives

Les substances actives sont définies comme des substances ou micro-organismes, y compris les virus exerçant une action générale ou spécifique sur les organismes nuisibles ou sur les végétaux, parties de végétaux ou produits végétaux [Boland et al., 2007].

b. Un diluant

C'est une matière solide (charge) ou un liquide (solvant) incorporé à une préparation et destiné à abaisser la concentration de la 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 [Boland et al., 2007].

c. Des adjuvants

Ce sont des substances dépourvues d'activité biologique et utilisées pour faciliter l'utilisation du pesticide.

La spécificité de leurs propriétés relève de leur composition physico-chimique liée à la formulation du pesticide qui est la forme sous laquelle le pesticide est vendu pour utilisation [Boland et al., 2007].

I.5.2. La formulation de pesticide

La formulation d'un pesticide vise à présenter la matière active sous une forme stable et permettant son application en lui ajoutant des substances destinées à améliorer et faciliter son action [Boland et al., 2007].

Selon [Boland et al., 2007], il y a deux types de formulation qui indiqués sur l'emballage du produit par un code international de deux lettres majuscules placées à la suite du nom commercial:

- Les formulations solides ou sèches parmi lesquelles on a les poudres pour poudrage, les poudres mouillables, les poudres solubles dans l'eau, les granulés à disperser dans l'eau.
- Les présentations liquides ou mouillées parmi lesquelles on rencontre les suspensions concentrées, les concentrés émulsionnables, les émulsions concentrées.

D'après **Ismene, [1993]**, en fonction du type de formulation, plusieurs méthodes sont employées pour répandre le produit phytosanitaire sur les différentes parties de la plante:

- **l'enduisage**: enduire sur la tige une pâte colloïdale.
- **la pulvérisation**: répandre des gouttelettes du produit sur la plante.
- **l'épandage**: répandre le produit poudre sur une surface de passage du nuisible.



Figure 1: Dérive impliquée par un ventilateur pulvérisant [**Cross et al., 2001**].

I.6. Caractéristiques des pesticides

I.6.1. Propriétés physico-chimiques

a. La volatilité

Elle définie comme un départ de produit à partir de la surface du sol en phase vapeur est un processus dont on a depuis longtemps d'évaluer l'importance, la volatilité et peut se produire au moment de l'application depuis l'intérieur du sol [**Regnault-Rogeret et al., 2005**].

b. L'adsorption

Selon **Calvet et al., [2005]**, l'adsorption des pesticides dans le sol s'effectue sur la surface des constituants minéraux et organiques.

b. La stabilité

La stabilité des pesticides dans le sol se fait par la formation des résidus de moins en moins disponible c'est-à-dire extractible [Loiseau et Barreuso, 2002].

Cette stabilité est physico-chimique mais aussi microbiologique, en effet, certains travaux montraient l'existence d'une relation entre l'activité microbienne des sols et le taux de formation des résidus liés [Calvet et al., 2005].

I.6.2. Dispersion dans l'atmosphère

Il existe de nombreuses voies de mode de transfert de pesticides au sein du compartiment atmosphérique, le transfert et son importance dépendront de la formulation de produit (granulés, solution, émulsion...) et de la surface traitée du sol, dans le cas de molécule très volatiles, une incorporation des produit dans les premier centimètres de sol permet de limiter les pertes par volatilisation) [Bedos et al., 2006].

I.6.3. Persistance et dispersion dans l'environnement**a. La persistance**

Selon Arias-Estevez et al., [2008], la persistance dans le sol d'une molécule appliquée est déterminée par la dissipation qui est le résultat de l'ensemble de la quantité des phénomènes et déterminent la quantité de substance présente à un moment donné dans un compartiment donné. Elle est influencée par de nombreux facteurs. Ainsi, définir la persistance des pesticides revient à évaluer la résultante de l'action de ces processus qui contribuent à la disparition de la molécule dans l'environnement [Craven et Hoy, 2005].

b. Dispersion des pesticides dans l'environnement

Selon Jean-Joël et Philippe,[2005], lors de l'application, les pertes en direction des différents compartiments de l'environnement varient suivant l'état de développement des cultures, le réglage du pulvérisateur, la composition de la bouillie pulvérisée et les conditions météorologiques (les valeurs mentionnées dans la figure ci-dessus ne sont qu'indicatives).

- Transfert vers l'atmosphère (volatilisation)

Selon Jokanovic, [2009], la volatilisation (dispersion de résidus des pesticides dans l'atmosphère) est l'un des processus principaux par lequel les pesticides sont exportés en dehors de la zone cible après application notamment lorsque les traitements visent la surface

du sol ou celle des végétaux. La volatilisation peut se produire au moment de l'application où la molécule est très volatile depuis l'intérieur du sol. Les molécules volatilisées peuvent être entraînées très loin et rester dans l'atmosphère pendant un certain temps [**Philippe, 2005**].

- **Dispersion dans le sol**

Le sol représente des réservoirs plus importants de la biodiversité. Les organismes de sol comprenant la microflore et microfaune la méso-faune et la macrofaune jouent des rôles dans le fonctionnement des écosystèmes.

Le sol participe de manière directe ou indirecte à un grand nombre de processus tels que la dynamique de la matière organique, recyclage des déchets, la bio-remédiation des xénobiotiques, la formation et le maintien de la structure, la transfert hydrique et la rétention de l'eau [**Lefda et al., 2002**].

- **Dispersion dans les eaux (de surface et souterraine)**

Les pesticides atteignent les eaux de surface et souterraine par le biais de l'air, dérive des brouillards de dispersion, évaporation à partir des plantes et du sol, l'érosion par le vent d'un sol et l'eau sous terrain contaminée [**Niange, 2001**].

En conséquence, la grande persistance de pesticides dans les écosystèmes favorise leur passage dans des réseaux trophiques de chaque biocénose, l'érosion et le lessivage interviennent dans le transfert des pesticides vers les eaux sous terraines [**Cluzeau et al., 2000**].

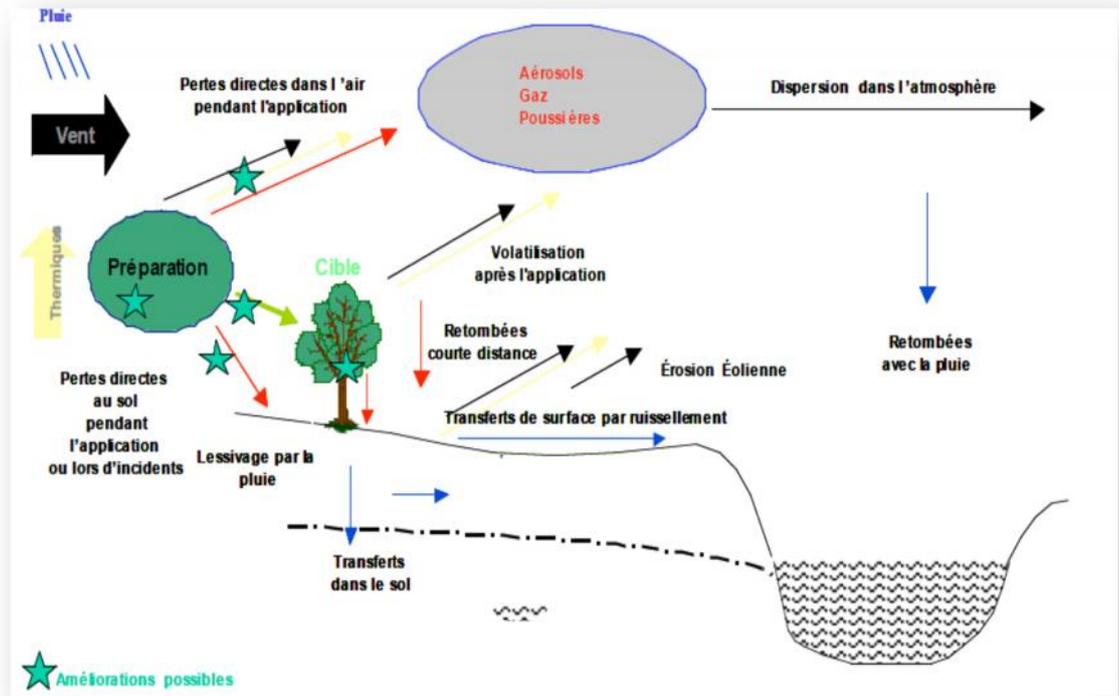


Figure 2: Voies et mécanismes de dispersion dans l'environnement [Jean-Joël et Philippe, 2005].

I.7. Application et devenir du pesticide dans l'organisme cible et l'environnement

Selon F.R.E.D.E.C, [2004], une bonne mise en œuvre du produit phytosanitaire doit viser quatre buts :

- Être efficace et rentable pour la protection des cultures.
- Ne peut pas occasionner de dégâts à la culture protégée, aux cultures voisines et aux cultures suivantes.
- Éviter l'intoxication humaine comme l'applicateur, les autres opérateurs, les voisins, les consommateurs...
- Limiter la pollution de l'environnement en général et, en particulier, l'impact sur la faune auxiliaire et sur les animaux domestiques.

Le produit phytosanitaire est appliqué sur l'organisme cible (adventice, insecte...), il doit passer les membranes externes et les couches de protection, ce qui implique une certaine liposolubilité du composé. Les modes d'actions des pesticides sont très variés [Regnault-Roger, 2005].

Ils peuvent aussi bien agir sur le système nerveux, inhiber la synthèse de molécules essentielles au bon fonctionnement de l'organisme (acides aminés, lipides, stérols) ou encore influencer sur le système respiratoire.

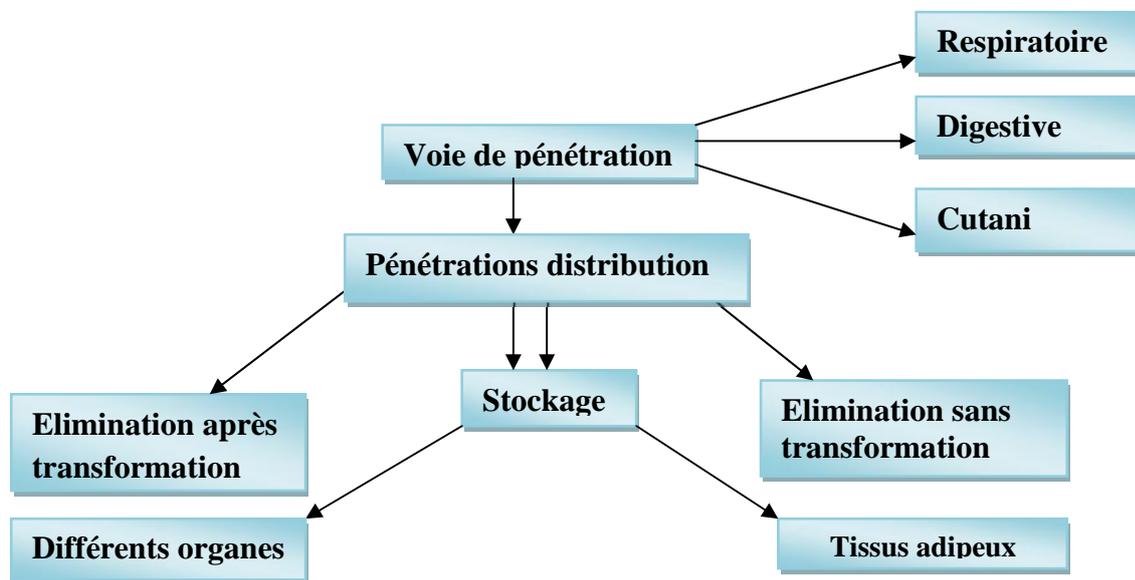


Figure 3 : Diagramme mettant en évidence le devenir des pesticides dans l'organisme [Tissut, 1979].

Selon Calvet, [2005], pour agir, les substances actives doivent atteindre leur cible qui peut être située en surface ou à l'intérieur de l'organisme on deux type de à pesticide:

- Les pesticides de contacts

Les herbicides provoquent des nécroses et brûlent les tissus des plantes, tandis que certains insecticides agissent par contact avec le tégument, par inhalation au niveau du tube respiratoire, ou par ingestion au niveau de l'appareil digestif [Calvet, 2005].

- Les pesticides systémiques

Agissent après transfert à l'intérieur de la plante et diffusion par la sève. Ces produits, d'action plus lente mais plus durable, doivent être hydrosolubles. Arrivé sur le site d'action, le produit parvient à un récepteur où se manifeste son action toxique proprement dite.

Dispersé au moment de l'application ou libéré lors de la destruction de l'organisme, le produit phytosanitaire se retrouve dans l'environnement et peut être transporté dans l'atmosphère, les eaux souterraines et les eaux superficielles entraînant ainsi leur pollution [Calvet, 2005].

I.8. Rétention et dégradation des pesticides dans le sol

I.8.1. La Rétention des pesticides dans le sol

Au niveau du sol, deux processus majeurs conditionnent le devenir des pesticides :

--la rétention par la matrice solide du sol (phénomènes d'adsorption-désorption).

--la dégradation (biotique et abiotique).

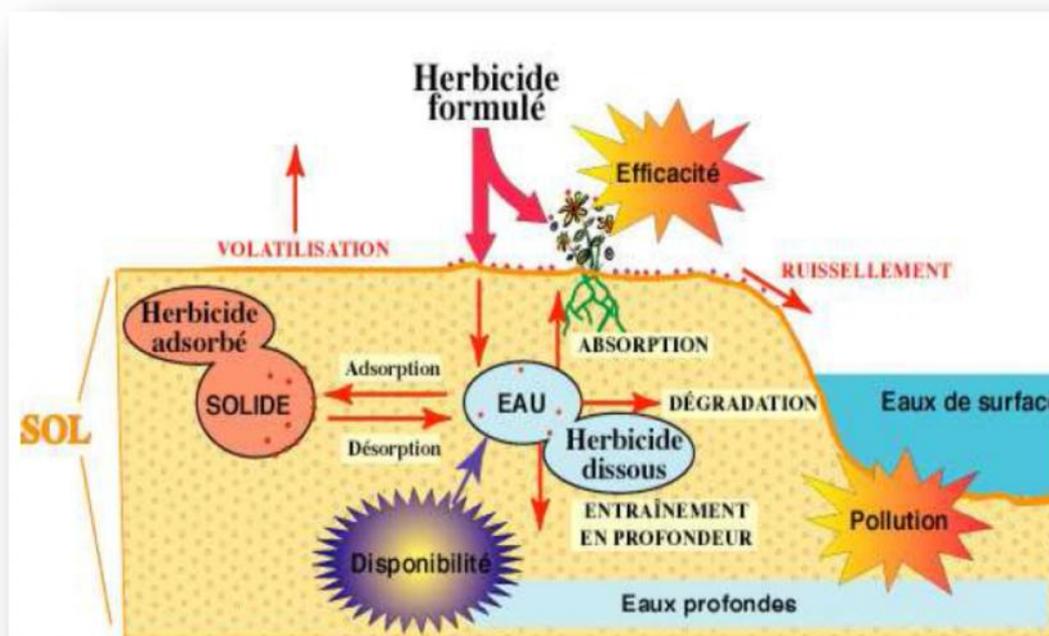


Figure 4: principaux processus de dissipation des herbicides dans l'environnement [Barriuso et al., 1996].

Une fraction du pesticide peut rester mobile dans la solution du sol et constitue la fraction dite disponible [Barriuso et al., 1996].

I.8.2. La dégradation des pesticides dans le sol

Dans le sol, les molécules de pesticides sont soumises à des processus de transformation dont les principaux sont la dégradation biotique et abiotique [Calvet et al., 2005].

I.8.2.1. La dégradation abiotique

Elle correspond à l'ensemble des réactions chimiques qui ne font pas intervenir les microorganismes présents dans le sol [Calvet et al., 2005].

D'après Damien et al., [2010], les facteurs influençant sur les transformations chimiques abiotiques peuvent être catalysées par certains constituants du sol tels que les argiles, la matière organique, ou encore les oxydes métalliques.

I.8.2.2. La dégradation biotique

La dégradation biotique correspond à l'ensemble des transformations chimiques dues à des systèmes enzymatiques, la même source les micro-organismes du sol (certains au moins) possèdent d'un appareil enzymatique nécessaire pour dégrader le pesticide. Ce sont principalement les champignons et les bactéries de la microflore du sol [Calvet *et al.*, 2005].

D'après Calvet *et al.*, [2005], on distingue deux grandes voies de dégradation biotique:

- Dégradation par voie métabolique directe

Les microorganismes du sol utilisent directement les molécules de pesticides comme seule source de carbone et d'énergie. Cette voie de dégradation concerne les micro-organismes qui produisent d'enzymes pour transformer la molécule jusqu'à sa minéralisation finale.

- Dégradation par Co-métabolisme :

Selon Barriuso *et al.*, [2000], la dégradation par Co-métabolisme désigne l'oxydation de substance par des micro-organismes sans utilisation pour leur développement de l'énergie libérée par ces oxydations.

La dégradation biotique des pesticides dans le sol est influencée par de nombreux facteurs liés à la molécule et d'autres propres au milieu qui ont une action sur le développement des micro-organismes dans les sols (pH, température, teneur en eau du sol, aération) [Damien *et al.*, 2010].

D'après Jean-Joël et Philippe, [2005], notent que la rétention et la dégradation ne sont pas des phénomènes indépendants. Elle conditionne la disponibilité des produits pour leur dégradation. En pratique, c'est le couple rétention-dégradation qui détermine la mobilité des substances.

I.9. Conséquences de l'utilisation des pesticides

Utilisation de pesticides peut conduire à la présence de résidus dans les aliments, source de risque potentiel pour l'homme en cas d'exposition à des teneurs trop élevées.

I.9.1. Effets sur l'homme

L'utilisation des pesticides peut conduire à la présence de résidus dans les aliments, source de risque potentiel pour l'Homme.

I.9.1.1. Exposition des populations aux pesticides

L'exposition directe concerne également les particuliers pour l'entretien des jardins et potagers alors selon **Jean-Philippe, [2010]**, l'exposition aux pesticides peut aussi être indirecte ou secondaire et est susceptible de concerner dans ce cas l'ensemble de la population. Cette exposition peut provenir de la contamination des milieux suivants :

- Le sol avec le dépôt du produit et l'eau (de surface et souterraine).
- L'air (extérieur et intérieur), l'alimentation (eau, végétaux et animaux).

I.9.1.2. Les voies d'exposition aux pesticides

Selon **Jean-Philippe, [2010]**, les voies d'exposition aux pesticides sont:

- L'ingestion de particules de sol (poussières ou aliments cultivés mal lavés), d'aliments et l'eau contaminés par des résidus de pesticides, essentiellement des fruits et légumes.
- L'inhalation d'air.
- Le contact cutané, cette voie d'exposition est peu fréquente pour la population générale (non professionnelle).

I.9.1.3. Les facteurs influencés sur la toxicité des pesticides pour l'homme

[Jean-Philippe, 2010], signale que Les principaux facteurs influences sur la toxicité des pesticides pour l'homme sont :

- La dose, modalités d'exposition, Le degré d'absorption.
- La nature des effets de la matière active et de ses métabolites.
- L'accumulation et la persistance du produit dans l'organisme.

I.9.1.4. Toxicité des pesticides

La toxicité d'une substance est l'ensemble des propriétés physiologiques ou biologiques qui font que cette substance puisse endommager ou altérer un organisme vivant par des moyens autres que mécaniques **[FAO, 2003]**.

Selon **Boland et al., [2007]**, la toxicité des pesticides est déterminée par la nature et la concentration de la matière active dans le produit (de plus, ces produits peuvent être transformés en différents métabolites susceptibles d'avoir des répercussions sur l'organisme humain. On distingue la toxicité à court terme ou toxicité aigüe et la toxicité à long terme ou toxicité chronique.

a. La toxicité aiguée des pesticides

Il s'agit d'une toxicité induite par une exposition ponctuelle à une dose importante de pesticides susceptibles d'entraîner des effets immédiats ou rapprochés (manipulation de produits non dilués...) [ORSB, 2001].

La notion retenue est celle de la dose létale 50 (DL50) correspondant à la quantité de matière active qui, administrée en une seule fois, par ingestion, inhalation ou voie cutanée, entraîne la mort de 50% des animaux traités [ORSB, 2001].

L'évaluation de la toxicité aiguë d'une matière active sur l'homme se fait par le calcul de la DL50 sur un animal de laboratoire : rat, souris, lapin (dose létale 50%) qui est une estimation statistique du nombre de milligrammes de la substance toxique par kilogramme de poids qui va tuer 50% d'une population expérimentale.

Les substances sont ensuite classées selon leur caractère très toxique, toxique ou nocif:

Tableau I: catégorie de toxicité aiguée (collectif pesticides et protection phytosanitaire dans une agriculture en mouvement) [ACTA, 2002]

	DL50 orale rat (mg/Kg)	DL 50 cutanée rat ou lapin (mg/Kg)	CL 50 inhalation rat (mg/litre/4heures)
Très toxique	<25	<50	<0.5
Toxique	25-200	50-400	0.5-2
Nocive	200-2000	400-2000	2-20

b- La Toxicité chronique des pesticides

Selon **Multigner, [2005]**, il s'agit d'un risque à long terme difficile à estimer car lié à la consommation répétée de doses très faibles. L'exposition chronique serait la cause de l'augmentation de certains cancers (leucémie, lymphomes non hodgkinien, sarcome et tumeurs cérébrales), de troubles de la reproduction (avortement, stérilité, infertilité masculine, malformation congénitale de l'appareil génital masculin), de troubles du système nerveux et du comportement et d'effets endocriniens (Perturbation du système hormonal).

CHAPITRE II

***LES RESIDUS DES
PESTICIDES***

II. LES RESIDUS DES PESTICIDES

II.1. Définition des résidus de pesticide

Les résidus de pesticide sont toute substance spécifiée contenue dans les aliments, les productions agricoles ou animales résultant de l'utilisation d'un pesticide [FAO, 2003].

Selon Briand et al., [2002], l'utilisation d'un produit phytosanitaire sur les cultures au cours de leur croissance ou lors de la conservation des récoltes, il peut rester des traces du produit utilisé ou de ces métabolites sur les denrées alimentaires. C'est ce qu'on appelle résidus.

D'après [Carole et al., 2002], le terme de résidus est la somme de la molécule mère et de tous ses métabolites issus de sa dégradation ou de sa métabolisation.

II.2. Elaboration des limites maximales des résidus

II.2.1. La Dose Journalière Admissible (DJA)

C'est la quantité de substance qui peut être quotidiennement ingérée par le consommateur tout au long de sa vie sans effets néfastes pour sa santé. (DJA; exprimée généralement en mg de substance active par kg de poids corporel et par jour)[Isabelle et al, 2013].

II.2.2. La Dose sans effet observé (DSE)

Selon [Isabelle et al., 2013], pour une espèce donnée, la DSE (Dose Sans Effet observé) pour un lot d'animaux de laboratoire soumis à l'essai pendant une période déterminée (de 1 mois à 2 ans), est la quantité maximale de substance dont l'absorption quotidienne n'entraîne aucun effet sur les animaux testés. (DSE est exprimée soit en milligrammes de substance active par kilogrammes de poids corporel de l'animal testé et par jour).

II.2.3. Limite maximale de résidus (LMR)

la LMR est la concentration maximale en résidus de produit phytopharmaceutique, officiellement fixée, tolérée dans une denrée alimentaire en l'état ou transformée, destinée à l'homme ou aux animaux, elle est exprimée en mg/kg[Cluzeau et al.,2000].

Tableau II: Les différentes normes de résidus recommandées pour les pesticides utilisés dans notre recherche [IPCS, 2000].

Pesticides	Matière active	D.J.A. mg/kg de poids vif	D.S.E. mg/kg de poids vif	T.M.R. mg/kg de légumes
Dursban	chlorpyrifos	0,01mg/kg	0,03 mg/kg	de 3 mg/kg
Rophosate	N-(phosphonométhyl) glycine	0,3mg /kg	10mg /kg	10mg/kg
Curzate	Mancozèbe	0.013mg/Kg p.c.	0.01mg/Kg p.c./j	0.05mg/Kg

II.3. Etapes d'analyse des résidus de pesticides

Selon [El Mrabet *et al.*, 2008], le processus analytique global d'analyse de résidus de pesticides est schématisé sur la figure(5).

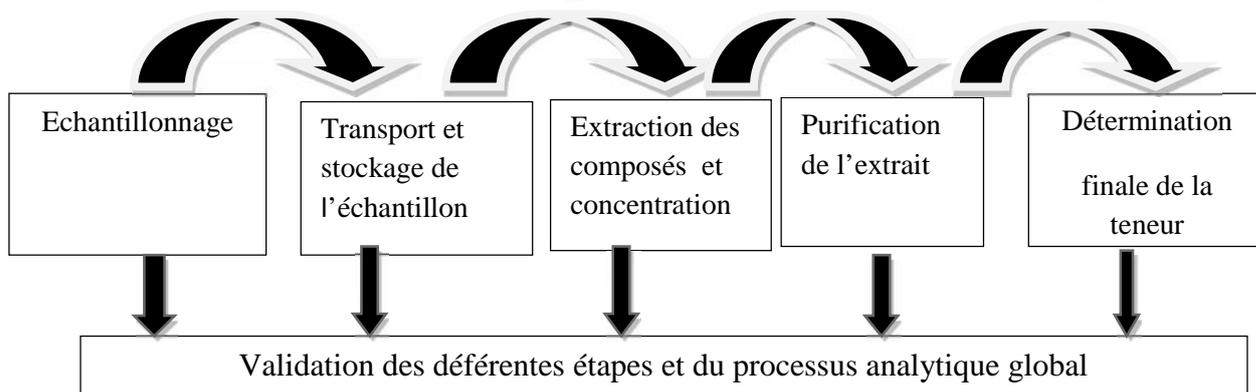


Figure 5: Principales étapes d'une procédure analytique utilisée pour la détermination des pesticides [El Mrabet *et al.*, 2008].

II.3.1. L'échantillonnage

Le prélèvement de le terrain et jusqu'au laboratoire d'analyses, respecter des règles strictes de conditionnement, conservation, stockage et transport afin de limiter toute évolution de l'échantillon. Cette étape d'échantillonnage doit être considérée comme une étape fondamentale de l'analyse car de la qualité de cette échantillonne dépendent la représentativité et la fiabilité du résultat final.

La sélection des lieux de prélèvement, la fréquence et les périodes d'échantillonnage, la finalisation des protocoles d'échantillonnage représentent des conditions préalables à la mise en place d'une stratégie de surveillance. Il y a lieu de prendre également en considération le choix des points de prélèvement, les heures de prélèvement, les facteurs

environnementaux (événement pluvieux, température, ensoleillement...) et le conditionnement des échantillons [El Mrabet *et al.*, 2008].

II.3.2. Préparation de l'échantillon

D'après [Ahmed, 2001], les processus de préparation de l'échantillon a comme objectif d'assurer que la quantité de l'échantillon sélectionné pour analyser et préparés. Ils consistent généralement à couper, peser et homogénéiser l'échantillon en utilisant des mortiers, des mixers, des moulins ou des agitateurs.

II.3.3. Les techniques d'extraction

Selon [Calvet *et al.*, 2005], deux types de méthodes sont utilisé pour extraire des pesticides contenus dans des milieux liquides :

- L'extraction solide/ liquide par un solide adsorbant suivie par la récupération à l'aide d'un solvant approprié.
- L'extraction liquide /liquide par un solvant organique non miscible a l'eau.

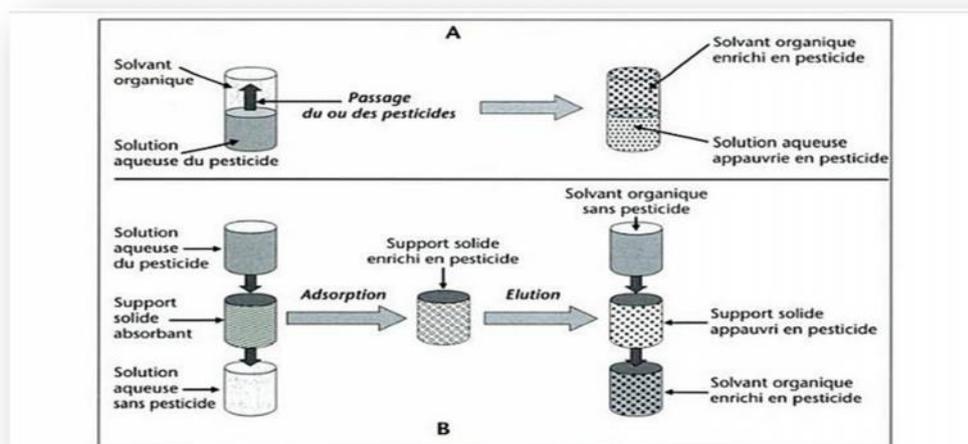


Figure 6 : Principe d'extraction des pesticides contenus dans une solution aqueuse [Calvet *et al.*, 2005].

A: Extraction par un solvant organique non miscible a l'eau: la solution aqueuse s'appauvrit en pesticide lequel se concentre dans le solvant organique.

B: Extraction par adsorption sur un support solide: le pesticide s'accumule par adsorption au cours de la percolation à travers le support.

II.4. Détermination des pesticides

Selon [Benzine, 2006], deux techniques analytiques de séparation sont employées pour leur identification et leur quantification selon la nature des pesticides étudiés la chromatographie en phase gazeuse (CPG) et la chromatographie en phase liquide (CPL).

Ces techniques pouvant couler à des détecteurs spécifiques ou universels. Ainsi, tout en apportant de la spécificité, le spectromètre de masse a pour intérêt d'être un outil de détection quasi-universel.

II.4.1. La chromatographie en phase gazeuse (CPG)

Elle est basée sur la séparation de composés chimiques, séparés à l'état gazeux. Avant leur analyse, les composés liquides ou solides doivent être portés à l'état de vapeur par chauffage.

Les composés gazeux sont introduits directement dans le système, cette Technique est employée en général pour l'analyse de molécules thermostables, volatiles ou semi-volatiles, non ou moyennement polaire [CEAEQ, 2013].

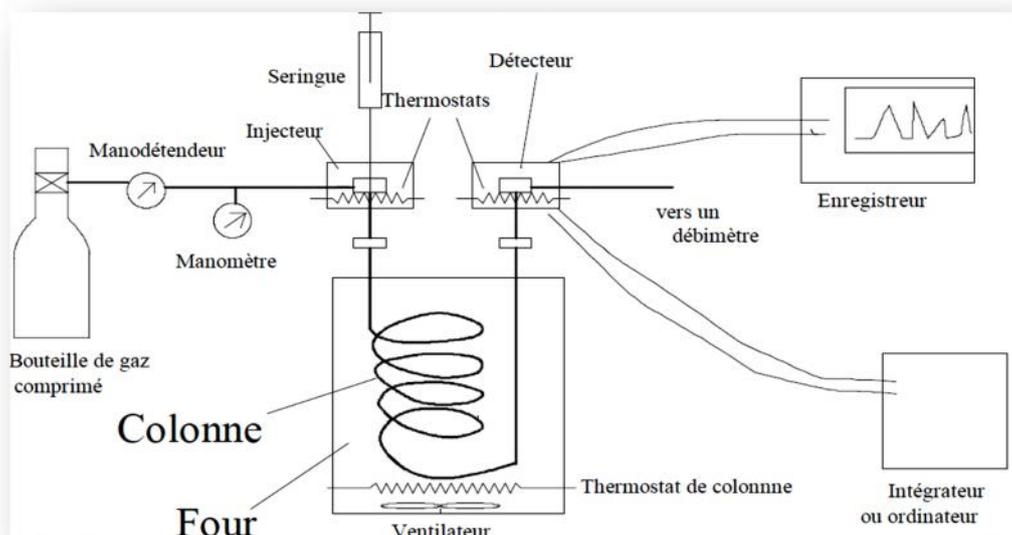


Figure7: les différents constituants d'un (CPG) [Hadjj et Messaoudi, 2010].

II.4.2. La chromatographie en phase liquide (CPL)

C'est une technique de séparation constituant d'un mélange en solution basé sur le partage des composés entre une phase mobiles dans laquelle ils sont solubles et une phase stationnaire. La séparation des composés repose sur les différences d'affinité et

d'interactions d'un composé pour la phase mobile et la phase stationnaire. Elle est adaptée aux substances polaires, non volatilisables et thermolabiles [CEAE, 1999].

II.4.3. Détection par La spectrométrie de masse

Le principe de fonctionnement d'un spectromètre de masse repose sur l'action d'un champ électromagnétique sur une particule chargée. Cette technique permet d'avoir une meilleure sensibilité et de confirmer l'identité des molécules [El Mrabetet *al.*, 2008].

CHPITRE III
MATERIELS ET
METHODES

III.1. LES ZONS D'ETUDE

III.1.1. Présentation des Stations d'étude

III.1.1.1. Station d'Ain Naga (Biskra)

L'exploitation agricole à Ain Naga est située à 15 km au sud d'Ain Naga, à 05 km à l'Est de M' Ziraa et à 70 km au nord de Biskra. La station se trouve à 23,9 m d'altitude, et occupe une superficie de 27 ha (Figure 8).



Figure 8 : La station d'étude d'Ain Naga de la wilaya de Biskra

III.1.1.2. Station de sidi-Abdelaziz (Jijel)

L'exploitation agricole à sidi-Abdelaziz est située au Nord-Ouest Sidi Abdelaziz (Figure 9)



Figure 9: La station d'étude de sidi-Abdelaziz de la wilaya de Jijel

III.1.1.3. Station d'Aokas (Bejaïa)

L'exploitation agricole à Sidi-Abdelaziz est située au Nord de la wilaya de Bejaïa (Figure 10)



Figure10: La station d'étude d'Aokas de la wilaya de Bejaia

III.1.2. Les données édaphiques

III.1.2.1. Relief

Selon [Anonyme, 2003], Ain Naga (Biskra) constitue des étendues plates qui est légèrement inclinée et désertiques.

Relief de Sidi-Abdelaziz(Jijel) est montagneux et très complexé dans sa structure et dans sa morphologie [Anonyme, 1997].

La wilaya de Bejaïa (Aokas) est aussi marquée par l'importance du relief montagneux.

III.1.2.2. Le Sol

D'après des études pédologiques réalisées par Khachai, [2001], le sol de la station d'Ain Naga caractérisé par les accumulations salées et définies par les sols argileux fertiles.

Mais le sol est sablo-limoneux dans les régions d'Aokas (Bejaïa) et Sidi Abdelaziz (Jijel).

III.1.3. Données climatiques

III.1.3.1. La température

D'après des statistique enregistré en (2012-2013) La station d'étude d'Ain Naga (Biskra) est caractérisée par de fortes températures enregistrées entre le mois le plus chaud

(Juillet) avec une moyenne de 34.81°C et le mois le plus froid (Janvier) avec une moyenne de 11.36°C.

Par contre les moyennes mensuelles de la station de Sidi –Abdelaziz (Jijel) les plus élevées sont observées durant les mois de Juillet et Août avec 25,13°C et 25,6°C respectivement.

Tandis que les moyennes les plus basses sont relevées en hivers durant les mois de Janvier (11,23°C) et de Février (11,42°C).

La station Aokas (Bejaia) les moyennes les plus élevées sont observées durant le Juillet avec 26,16°C, mais les plus basses sont en Janvier (10,55°C).

III.1.3.2. Le vent

D'après des statistiques enregistrées en (2012-2013) la vitesse maximale du vent de la station d'étude Ain Naga a été enregistrée au cours du mois d'avril avec 5.73 m/s et la minimale a été relevée en octobre 3.57 m/s.

Par contre dans la station Sidi-Abdelaziz et Aokas (Bejaia) le vent plus fréquent durant la période Novembre-Mai.

III.2.MATERIEL ET METHODES**III.2.1. Matériel**

La serre est en moyenne de 50 mètres de longueur sur 8 mètres de largeur, soit une superficie égale à 400 mètres carrés.

La serre est utilisée dans le but :

- D'élever la température par rapport au milieu externe, grâce à l'effet serre (augmentation du rayonnement net).
- D'échauffer l'air, du fait de la température interne qui est élevée et de son état étanche. Donc, elle crée un autre climat plus favorable aux cultures.
- Elévation importante de l'évaporation et donc une humidité beaucoup plus élevée car l'air chaud a une grande capacité d'assimiler l'eau évaporée.

Ainsi, cette humidité jouerait des rôles dans le développement et la croissance des cultures. Elle permet aussi l'augmentation de la teneur en gaz carbonique (CO₂) qui sera réutilisé pour la photosynthèse.

Ce CO₂ a une grande importance pour la survie des plantes et la mise en réserve des différents éléments nutritifs nécessaires comme les sucres.

Éviter La disposition des serres aux vents et aux conditions climatiques défavorables.

L'aération des serres est assurée par des ouvertures sous-forme de fenêtres et de portes pour favoriser une régulation thermique.

Le choix du terrain est effectué sur la base de plusieurs facteurs, parmi lesquels nous citons :

- Terrain non accidenté (relief).
- Son exposition, pour éviter les vents forts et les conditions défavorables, mais assurer un bon ensoleillement des serres.
- La disponibilité de l'eau pour l'irrigation des cultures.
- Le type de sol qui reste très important pour répondre aux exigences des plantes, car il constitué la source directe d'eau pour les cultures.

Le sol est désinfecté, préparé et enrichi avec des engrais en plus les lits et les lignes de semences sont préparés rigoureusement.

En général, il a été réalisé ce qui suit dans les trois régions :

Une semaine avant la désinfection :

- Elimination de tous les débris de la culture précédente.
- Aération du sol par un labour profond de 30 à 35cm et ensuite nivelation par un travail de surface.

Une semaine après :

- Une désinfection du sol destiné à recevoir les cultures ou semences afin d'éviter tout dépérissement dû à l'attaque de divers parasites (champignons, insectes). Ainsi l'agriculteur peut éviter des dégâts et augmenter la rentabilité de la production des cultures sous serres.

Au moment du traitement Il a fallu :

- Un sol humide mais sans excès.
- Une température du sol supérieure à 12°C à 20cm de profondeur (en fermant les portes et les fenêtres).

Après traitement :

- Respect du délai de mise en culture suivant les produits utilisés, la nature du sol et le type de culture.
- Interdiction de faire pénétrer sur la parcelle traitée le matériel utilisé et contenant de la boue.
- Utilisation de graines saines.
- La date de semis des solanacées (tomate), est janvier-février, alors que le repiquage est effectué au mois de mars. Les cucurbitacées (courgette et concombre), sont semées en même temps que le repiquage de la tomate.

Le semis se fait sous forme de rangées espacées de 60 cm et les plantes d'une même rangée seront séparées l'une de l'autre par un vide de distance 20 cm.

L'irrigation et l'entretien, en général, des cultures se font régulièrement. Le désherbage tout au autour des serres est effectué dans le but d'éviter le développement des parasites sur les plantes hôtes susceptibles de provoquer des infestations des cultures.

Malgré les avantages que présente la serre, les différents travaux effectués par l'agriculteur, ne font que créer un milieu favorable au développement des parasites (ex : les champignons, les mauvaises herbes).

Ces derniers occasionnent des pertes énormes et les mauvaises herbes constituent un concurrent important aux cultures. C'est ainsi que les traitements par les produits phytosanitaires se font régulièrement, soit en tant que préventifs soit dès l'apparition des ravageurs. Il est à signaler que les produits et les doses ne sont pas respectés, car l'agriculteur utilise ceux disponibles dans son stock. Ces facteurs laissent supposer que les légumes que nous consommons quotidiennement contiennent des résidus de pesticides.

III.2.1.1. Matériel végétal

Les produits végétaux, concombre, courgette, et tomate cultivés sous serres, sont fortement consommés, leur richesse en éléments nutritifs représente une source intéressante de matière première pour l'alimentation de l'homme.

Les légumes tomate, (solanacées), courgette et concombre (cucurbitacées) sont choisis en raison de leur consommation élevée en Algérie. Ils sont cultivés dans différentes régions à savoir Aokas (Bejaïa), Ain Naga (Beskra) et Sidi Abdelaziz (Jijel). Le traitement s'effectue régulièrement sur toutes les cultures, afin d'éviter des pertes que peuvent occasionner les parasites. Le prélèvement des divers échantillons est effectué une journée avant la récolte, soit 15 jours en moyenne, après le dernier traitement.



Figure 11: Lieu de l'essai des traitements des pesticides.

III.2.1.2. Les pesticides

Après une enquête, menée dans différentes régions, le choix des pesticides, est porté sur ceux qui sont amplement utilisés à travers le territoire national. Ils sont de grande efficacité et ne présentent pas de danger pour le consommateur.

Les pesticides sont choisis parmi ceux communément utilisés pour les traitements phytosanitaires des légumes et fruits dans la région de Jijel, Biskra et Bejaia.

Les pesticides peuvent être testés en mélange en fonction de leur nature chimique, de leurs modes d'action ou de leurs cibles selon l'index phytosanitaire [ACTA, 2005]

Ils sont caractérisés par une courte durée de rémanence et une faible toxicité et se présentent comme suit :

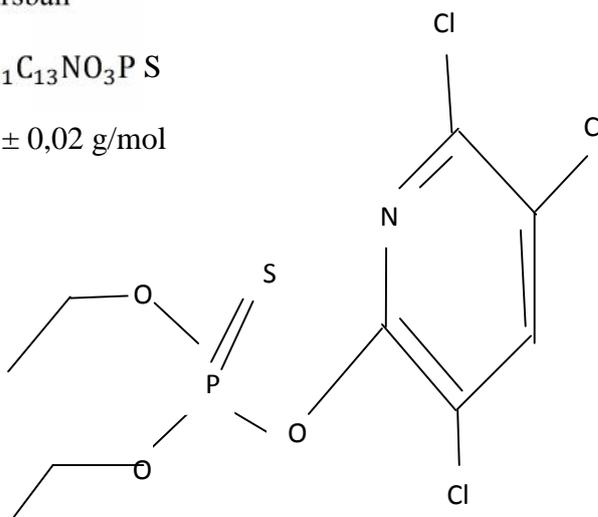
III.2.1.2.1. Chlorpyrifos

Le nom commercial est : Dursban

De formule chimique : $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$

De masse molaire : $350,586 \pm 0,02$ g/mol

De formule développée :



C'est un insecticide appartenant à la famille chimique des organophosphorés, est une substance incolore, commercialisée sous forme déconcentré émulsionnable (EC). Il est très stable dans les conditions normales dans un milieu neutre (PH=7), aux U.V, à la lumière mais se détruit lentement dans le sol [Oniletal., 2002].

a. Utilisation

Selon [Onil et al., 2002], le Chlorpyrifos est utilisé dans la protection de nombreux légumes (céleri, cucurbitacées, laitue, oignons, poivrons, solanacées etc.) et en cultures ornementales, puissant et agissant par contact et s'avère un véritable poison pour les insectes, il peut être utilisé sur fruits, sols et différents moustiques. Il reste longtemps dans le sol, par contre dans les feuilles il se dégrade rapidement.

b. Aspects toxicologiques

Par voie orale, la dose létale supérieure 50 (DL50) est supérieure à 32 mg/kg pour les rats et les souris, Cependant par voie cutanée elle est de 2000 mg/Kg pour les lapins, mais par voie d'inhalation pas d'effets indésirables [L'US EPA, 2000].

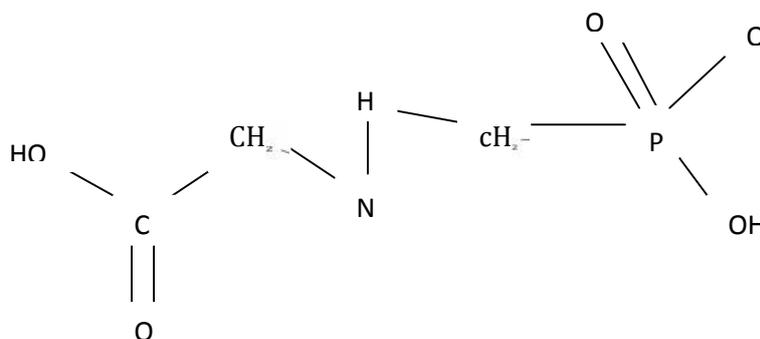
III.2.1.2.2. N-(phosphonométhyl) glycine

Le nom commercial est Rophozate

De formule chimique : $C_3H_8NO_5P$

De masse molaire : 169.1 g/mol

De formule développée :



C'est un herbicide de la famille des organophosphorés cet herbicide est efficace sur toutes les mauvaises herbes annuelles ou vivaces et n'est pas sélectif des cultures. Il agit par blocage de la biosynthèse des acides aminés aromatiques [ACTA, 2010].

a. Utilisation

Selon Agritox, [2008], cet herbicide agit de façon systémique soit absorbé par les feuilles puis véhiculé par la sève dans les végétaux jusqu'aux points de croissance (apex, méristèmes). Il bloque la synthèse des acides aminés aromatiques perturbant ainsi la croissance et le développement des adventices, jusqu'à leur mort.

Sur une parcelle viticole, son action touche essentiellement les graminées annuelles et vivaces, les dicotylédones annuelles et bisannuelles [ACTA, 2006].

b. Aspects toxicologiques

Les effets toxiques sont faibles, même à hautes doses mais provoquent dans ce cas une réduction notable du poids corporel et du poids de foie. Le N-(phosphonométhyl) glycine peut réagir avec les nitrates présents dans certains aliments [ACTA, 2006].

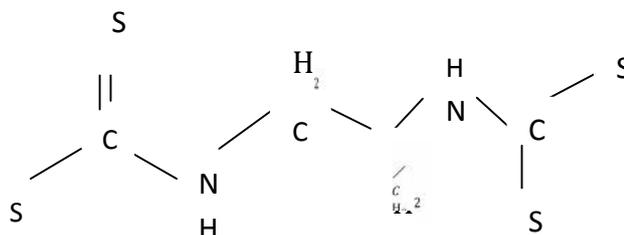
III.2.1.2.3. Mancozèbe

Le nom commercial est : Curzate

De formule brute : $C_{21}H_{22}INO_4$

De masse molaire : 387.9 g/mol

De formule développée :



Le Mancozèbe est un carbamate qui se présente à l'état pur sous forme de poudre grise à jaune [INRS, 2010].

Selon **Testud et Marcotullio, [2001]**, la dégradation de mancozèbe donne la formation de métabolites toxiques qui apparaissent plus vite si la température et l'humidité augmentent..

Le mancozèbe s'adsorbe facilement sur la matière organique et peut persister ainsi plusieurs semaines voir plusieurs mois [Atreya et Sitaula, 2012].

a. Utilisation

Le Mancozèbe est employé comme matière active de certains fongicides [INRS, 2010].

Selon **Gullino et al.,[2010]**il est utilisé pour la prévention et le traitement de plusieurs maladies fongiques des cultures maraîchères tel que le mildiou.

b. Aspects toxicologiques

La présence du mancozèbe dans l'organisme provoque l'hypertrophie de la glande thyroïdienne et du foie. Ainsi aux effets directs du mancozèbe, s'ajoutent ceux causés par ses métabolites (FAO, 1993).

Selon **FAO, [1993] ; Schwack et Ntanzi ,[1995]**, la DJA de mancozèbe est de 50 g/kg de poids corporel/jour et la LMR est de 5 mg/Kg de tomate, la LMR dans les tomates est de 3 mg/Kg. La norme de potabilité de l'eau à respecter pour la consommation est de 0,1 µg/L par pesticide et 0,5 µg/L pour la totalité des pesticides.

Tableau III : Les propriétés physico-chimiques des produits étudiée [ACTA, 2010]:

Le nom commercial	Chlorpyrifos	N-(phosphonométhyl) glycine	mancozèbe
Famille chimique	Organophosphoré	Organophosphoré	carbamate
Solubilité dans l'eau	1,12 mg.l ⁻¹ à 24 °C	12 g. l ⁻¹ à 25°C	Insoluble dans l'eau (2 à 20mg/l)
Apparence	concentré émulsionnable (EC)	Concentré soluble (C.S).	poudre mouillable
Densité à 20 °C (g cm-3)	1,1 g/cm ³	1,74 mg/L	1.9938g/ml
DT50	35 jours	32 jours	14 jours
Coefficient de partage octanol / eau log K_{1ow} ou log P	4.7	-3,2 à 25°C	1.33
T°fusion	41 à 42°C	200°C	192-204°C
Nature	Insecticide	Herbicide	Fongicide

Pour notre étude nous avons choisi dans un premier temps de déterminer les pesticides les plus utilisés sur légumes en Algérie et particulièrement dans les régions de Biskra, Bejaia et Jijel. Ensuite, définir les pesticides à testés.

Les légumes ont été récoltés en mars 2014 aux environs d'Aokas (wilaya de Bejaïa), sidi Abdelaziz (Jijel) et Ain-Naga (Biskra).

Tableau IV : Répartition des différents pesticides, doses, et régions où sont cultivés les légumes [Anonyme, 2013] :

Les pesticides		Cultures	Doses d'utilisation	Déprédateurs	La région où sont cultivés les légumes	Nombre de traitement	Mode de traitement
Insecticide	Chlorpyrifos	Courgette	1.260 Kg/ha 0.48Kg/serre	oïdium	Jijel	6	Pulvérisations
		Tomate	1.20Kg/ha 0.48Kg/serre	noctuelle	Bejaia	5	
		tomate	3 Kg/ha 1.2Kg/serre	mildiou	Biskra		
Fongicide	Mancozèbe	Tomate	1.20 Kg/ha 0.48Kg/serre	Mildiou/	Bejaia	2	
		concombre	1.10 Kg/Ha 0.44Kg/serre	bactériose	Jijel	2	
Herbicide	N-(phosphono-méthyl) glycine	tomate	1.90 Kg/ha 0.79Kg/serre	Adventices	Biskra	1	

III.2.2. Les Méthodes

III.2.2.1. Méthode de préparation des échantillons

III.2.2.1.1. Principe de la technique proposée par Steinwandier

La méthode d'extraction est une extraction simple de résidus par de l'acétone suivie d'un partage acétone/eau/dichlorométhane (2 :1 :1,5) pour avoir la phase organique contenant les résidus et sera concentrée à 1 ml [Steinwandier ,1985].

III.2.2.1.2. Préparation de l'échantillon

A cette étape, trois points sont d'un intérêt particulier quant à l'extraction des résidus de pesticides des échantillons.

- Le rapport acétone/eau est de 2 :1 (deux sur un), c'est à dire 200 ml d'acétone sont utilisés pour l'extraction et la quantité totale d'eau est de 100 ml (égale à l'eau dans l'échantillon plus eau ajoutée).
- Pour séparer les résidus de pesticides dans la phase organique, 30 grammes de chlorure de sodium (Na Cl) sont ajoutés.

- Pour enlever l'eau de la phase organique, 150 ml de dichlorométhane sont ajoutés.

III.2.2.1.3. Préparation de la solution aqueuse d'échantillonnage

Les échantillons sur lesquels nous avons recherché et dosé les résidus de pesticide ont une teneur en eau généralement supérieure à 70 % [Boussahel, 2001].

Chacun des échantillons (tomate, concombre, courgette) est pesé à raison de 100 g par aliment. Ensuite, ils sont coupés séparément en petits morceaux aussi fins que possible à l'aide d'une paire de ciseaux et mis (un seul échantillon par étape) dans un mortier.

Une certaine quantité d'eau est additionnée à chacun d'eux afin d'obtenir un total de 100 g selon la formule : $100 - TE$

Où TE = teneur en eau de l'échantillon

- Echantillon de la tomate 20 ml d'eau distillée.
- Echantillon de courgette 25 ml d'eau distillée.
- Echantillon de concombre 25 d'eau distillée.

Tomate $TE = 80\%$ mais courgette, concombre = 75% .

III.2.2.1.4. Extraction

a. Extraction liquide – liquide

Selon Boussahel, [2001] la méthode consiste à extraire les pesticides hydrophobes se trouvant dans l'eau par un solvant approprié et non miscible avec l'eau. L'extraction est effectuée sur un volume important de l'échantillon dans une ampoule à décanter puis le solvant est évaporé et le résidu est repris dans le milieu adéquat pour être analysé.

b. Mode opératoire et technique d'extraction

Individuellement, les aliments sont broyés mécaniquement afin d'homogénéiser la solution.

Une fois le broyage est terminé, 200 ml d'acétone sont ajoutés à chaque échantillon, ensuite, le tout est mélangé à l'aide d'un mixer à grande vitesse, pendant 3 minutes et laissé au repos pendant 20 minutes à température ambiante.

Les mélanges sont ensuite homogénéisés (par agitation) de nouveau pendant 3 minutes.

III.2.2.1.5. Partage acétone/eau/dichlorométhane (2 : 1 : 1.5)

L'homogénat préparé est filtré sous faible pression par un entonnoir de Buchner avec un papier filtré Whatman n° 1.



Figure 12: Filtration de homogénat sous faible pression dans un entonnoir de Buchner

Dans l'ampoule à décanter 3 g de chlorure de sodium (Na Cl) sont ajoutés à 200 ml de filtrat, le tout est agité vigoureusement pendant 3 minutes. Ensuite, 150 ml de dichlorométhane sont ajoutés et l'ensemble est agité pendant 2 minutes. Enfin, le mélange est laissé au repos une deuxième fois pendant 15 minutes à température ambiante jusqu'à ce que les deux phases aqueuse et organique soient séparées.

Ainsi, la phase aqueuse est rejetée alors que la phase organique est séchée avec 30 g de sulfate de sodium ($\text{Na}_2 \text{SO}_4$) pendant 30 minutes.

Elle est filtrée dans un ballon de 500ml avec un entonnoir contenant une couche de sulfate de sodium. Ensuite, l'ampoule à décanter est rincée avec 2 x 20ml dichlorométhane, puis filtration de cette solution (phase organique).



Figure 13 : séchage la phase organique par ($\text{Na}_2 \text{SO}_4$)

Enfin, 200ml de ce filtrat final sont concentrés à un volume de 3 ml par le rotavapeur à une température de 75°C et à 70 tours par minute.



Figure 14 : concentration la phase organique de volume 200ml à 1ml Par rotavapeur.

Une reconcentration (trois fois) après addition de 5ml de dichlorométhane, s'est avérée nécessaire pour que l'évaporation de l'acétone soit totale. Ainsi, l'extrait restant égal à un (01) ml est mis dans un flacon de 5ml.



Figure 15: 1ml de l'extraite dans un flacon

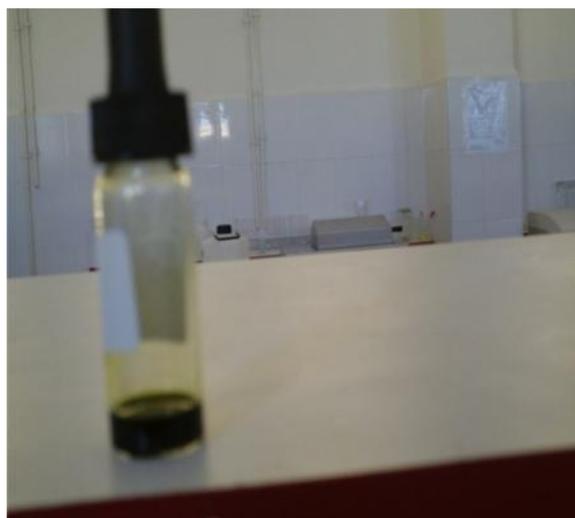


Figure 16 : 1ml de l'extraite dans un ballon

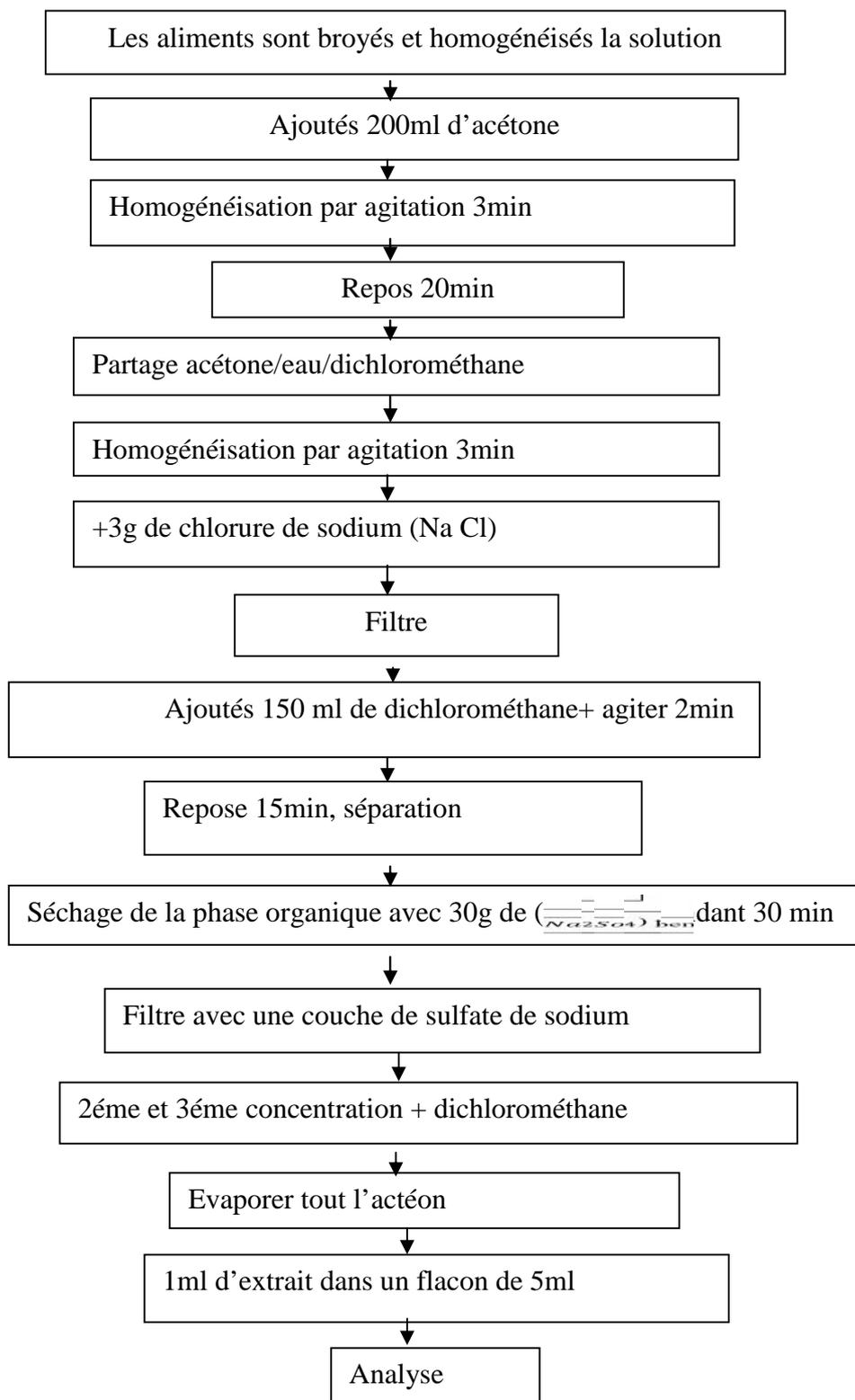


Figure 17: les méthodes d'extractions des pesticides

III.2.2.2. Méthode de Dosage des pesticides

La recherche et le dosage de résidus de pesticides dans les aliments et notamment dans les légumes et fruits nécessitent des techniques d'extraction, de séparation et de détection très performantes afin de traiter rapidement un grand nombre d'échantillons susceptibles de contenir plusieurs substances actives.

Les méthodes chromatographiques sont parmi les techniques les plus utilisées, les techniques mises en œuvre: chromatographie en phase liquide ou en phase gazeuse sont associées aux méthodes de détection courantes ou bien à la spectrométrie de masse (SM) pour atteindre des limites de détection de plus en plus basses garantissant ainsi la qualité des produits de consommation.

III.2.2.2.1. Principe de fonctionnement de (CPG)



Figure 18: La chromatographie en phase gazeuse (CPG)

Selon **Hadjdj et Messaoudi, [2010]**, le principe de la séparation par C.P.G. consiste à partager l'échantillon à analyser entre deux phases. L'une est un liquide stationnaire uniformément réparti sous forme d'une pellicule mince sur un solide inerte de grande surface spécifique, tandis que l'autre est un gaz mobile qui s'écoule à travers l'ensemble stationnaire.

Le soluté introduit en C.P.G à une température suffisante pour que sa tension de vapeur soit assez élevée, passe alternativement de la phase stationnaire à la phase mobile, tout en étant soumis à de forces opposées. C'est ainsi que, les forces de rétention exercées par la phase stationnaire sur le soluté tendent à l'immobiliser, soit par adsorption physique, soit par solubilisation dans le liquide. Cependant, le soluté sous forme de vapeur subit un entraînement par le gaz vecteur. Cette désorption aura lieu vers la sortie de la colonne. C'est

ainsi que plus les molécules du soluté sont retenues par la phase stationnaire, moins elles migrent vers la sortie et donc leur temps de rétention sont élevés [Hadjdj et Messaoudi, 2010].

Alors que quand les molécules sont moins ou faiblement retenues par cette même phase. Elles se résorbent vite et sont facilement entraînées par le gaz vecteur, donc leur temps de rétention sont courts, il ressort donc que chaque produit est plus ou moins retardé selon son affinité pour la phase stationnaire (adsorbabilité et solubilité) [Hadjdj et Messaoudi, 2010].

III.2.2.2.2. Principe de fonctionnement de (SM)

La spectrométrie de masse est une technique d'analyse physico-chimique permettant de détecter, d'identifier et de quantifier des molécules d'intérêt par mesure de leur masse Son principe réside dans la séparation en phase gazeuse de molécules chargées (ions) en fonction de leur rapport masse/charge (m/z) [Deng et al., 2005].

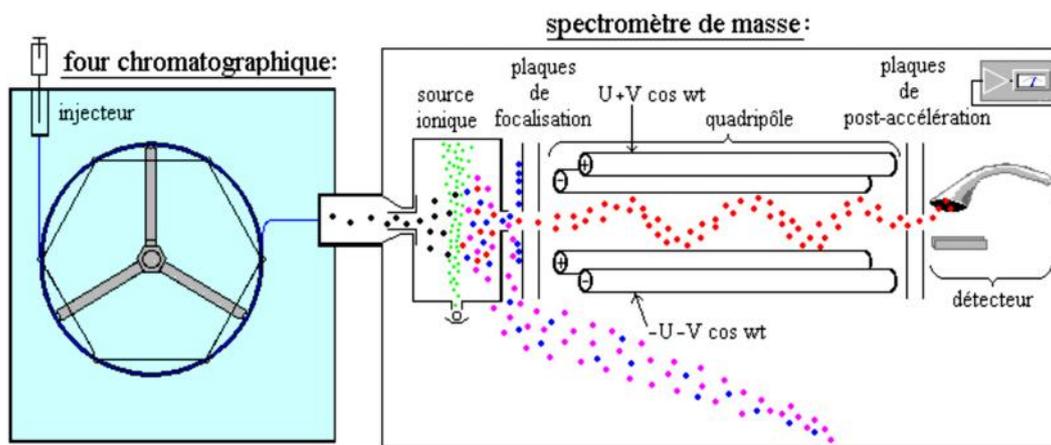


Figure 19: Chromatographie en phase gazeuse couplée avec spectrométrie de masse [Deng et al.,2005].

La méthode est basée sur la séparation des constituants à l'aide de la CPG et leur identification par le biais de la SM en comparant les valeurs des résultats spectraux avec celles de produits de référence appartenant à une banque contenant plusieurs bibliothèques de spectres.

III.2.2.2.3. Appareillage et Conditions opératoires de la Chromatographie en phase gazeuse- Spectrométrie de masse (CPG-SM)

L'analyse chromatographique a été effectuée avec un chromatographe en phase gazeuse type SHIMADZU GC-2010 couplé à un spectromètre de masse type SHIMADZU QP-2010

au laboratoire pédagogique de la faculté des sciences de la nature et de la vie (SNV) de l'université de Jijel.

Il nous a semblé utile de synchroniser les conditions de travail pour tous les échantillons. C'est ainsi qu'il a été choisi ce qui suit :

- Température d'injection : 250°C
- Température de la colonne : 60°C.
- Le temps de l'introduire l'échantillon : 0.80 min
- Température de source d'ion : 180.00 °C
- Gaz vecteur : hélium
- Type d'injection : Splitless
- Type colonne : capillaire
- L'épaisseur du film est de 0,25µm
- Energie de collision : 70 eV
- Volume d'injection: 1 µL

CHAPITRE IV
RESULTATS ET
DISCUSSION

IV. LES RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Résultat de dosage des résidus du Chlorpyrifospar (CPG-SM) dans les échantillons étudiés.

IV.1.1. Les résidus dans la tomate d'Aokas (Bejaia)

Le Chlorpyrifos est utilisé sur la tomate contre les noctuelles qui rongent et perforent les fruits et leur feuilles en provoquant un mûrissement plus tôt.



Figure 20 : dégâts des noctuelles sur tomate

La Chromatographie en phase gazeuse (CPG) permet de séparer et de doser les différents composés d'une solution.

Pour des conditions opératoires précises, chaque composé présente un pic, une aire et un temps de rétention bien défini et spécifiques à lui.

C'est ainsi qu'après injection de 1 μ l de l'échantillon dans l'injecteur par une micro seringue, ayant une double fonction :

- Porter l'échantillon à l'état de vapeur.
- Amener l'échantillon dans le flux gazeux en tête de colonne.

Il y a eu par la suite un entraînement dans la colonne par un vecteur inerte, à cet effet, les composés d'échantillon sont ainsi séparés en fonction de leur capacité d'interaction avec la phase stationnaire. La détection et l'identification des composés se font par le détecteur à la sortie de colonne (chromatogramme).

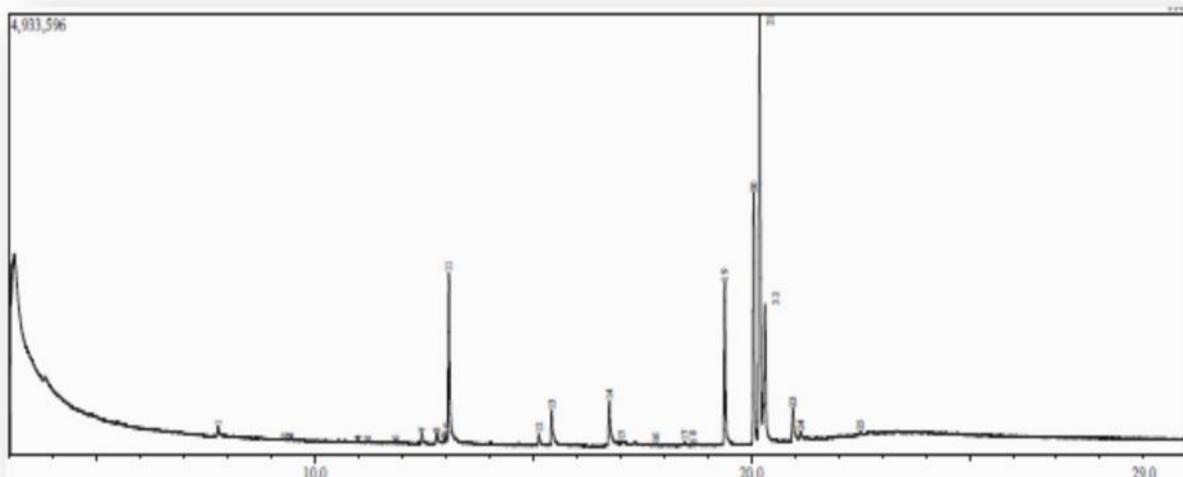


Figure 21 : Chromatogramme du Chlorpyrifos dans la tomate (Aokas)

On assiste alors à une ionisation d'une petite partie de l'échantillon ou bombardement de celui-ci par des électrons donc transformation en ions qui sont soumis dans la chambre d'ionisation à des champs électriques (EI), $M^{+•} + 2e^{-}$. Ensuite ils sont accélérés et focalisés vers l'analyseur qui assure la séparation par clivage des liaisons en fragments, puis détection par détecteur de ces traits par l'analyseur en fonction de leur rapport m/z . Ainsi, un micro-ordinateur assure le traitement des données (selon la table de données de la S.M.) et fournit un spectre de masse des différents composés d'échantillon de tomate (Aokas)(figure22).

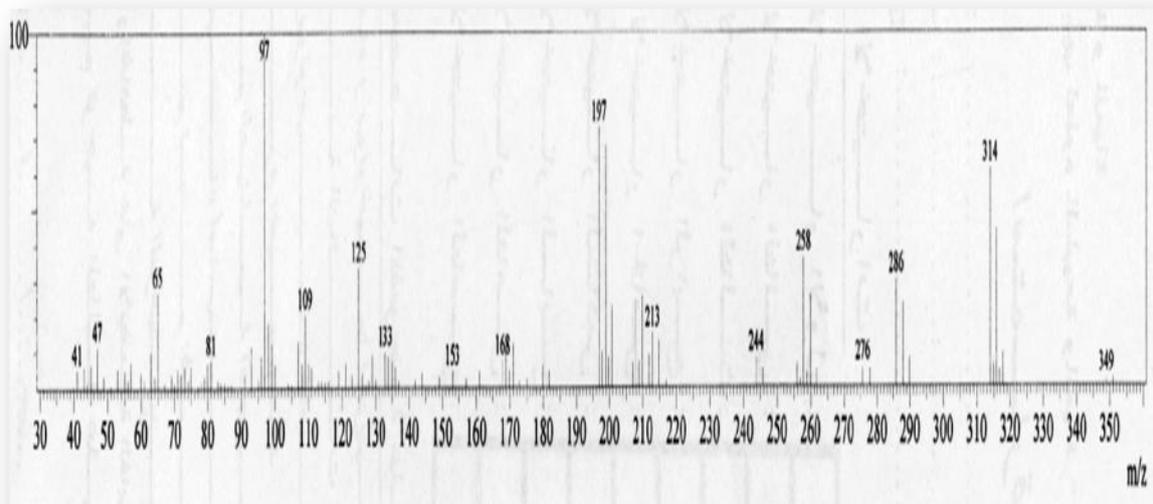


Figure 22: Spectre de masse de différents composés d'échantillon de tomate (Aokas)

Après, donc, l'ionisation des molécules par les électrons donne des fragments, qui à partir de la table de données, il peut y avoir une reconnaissance du nom de Chlorpyrifos produit demandé et représenté par un pic.

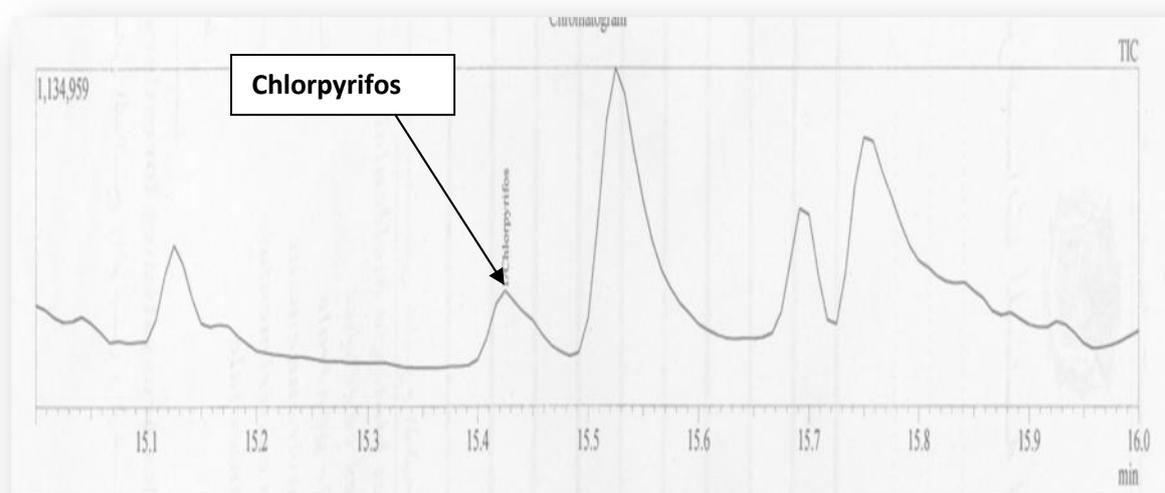


Figure 23 : Le pic de chlorpyrifos dans échantillon de tomate (Aokas)

Tableau V : Révélation du temps de rétention du chlorpyrifos dans la tomate de Bejaia.

Index	Nom	Temps de rétention [min]	Surface [mm ²]	Hauteur [cm]
1	Inconnu	7.779	0.75	0.70
2	Inconnu	9.299	0.10	0.14
4	Inconnu	10.979	0.10	0.16
5	Inconnu	11.217	0.17	0.18
6	Inconnu	11.852	0.12	0.15
7	Inconnu	12.452	0.68	0.81
8	Inconnu	12.794	1.18	0.73
9	Inconnu	12.962	0.27	0.30
10	Inconnu	13.011	0.48	0.65
11	Inconnu	13.070	13.87	12.60
12	Inconnu	15.133	0.83	0.80
13	Chlorpyrifos	15.423	3.07	2.57

Le dosage de résidus de Chlorpyrifos dans l'échantillon de tomate (Aokas) est représenté par un pic caractérisé par un temps de rétention de 15.423 min et une surface de 3.07 mm² et une hauteur de 2.5cm.

IV.1.2. Les résidus dans la tomate d'Ain-Naga (Biskra)

Le chlorpyrifos est utilisé aussi sur la tomate à Ain-Naga (Biskra) contre mildiou, qui donne un noircissement des feuilles et des fruits détruisant peu à peu les plantes avec apparition d'un chancre de couleur brune à la base de la tige à partir du collet.



Figure 24: Mildiou de tomate

Comme pour la tomate d'Aokas, cet échantillon va suivre les mêmes étapes pour avoir en premier lieu un pic caractéristique de la C.P.G. puis une masse par la S.M.

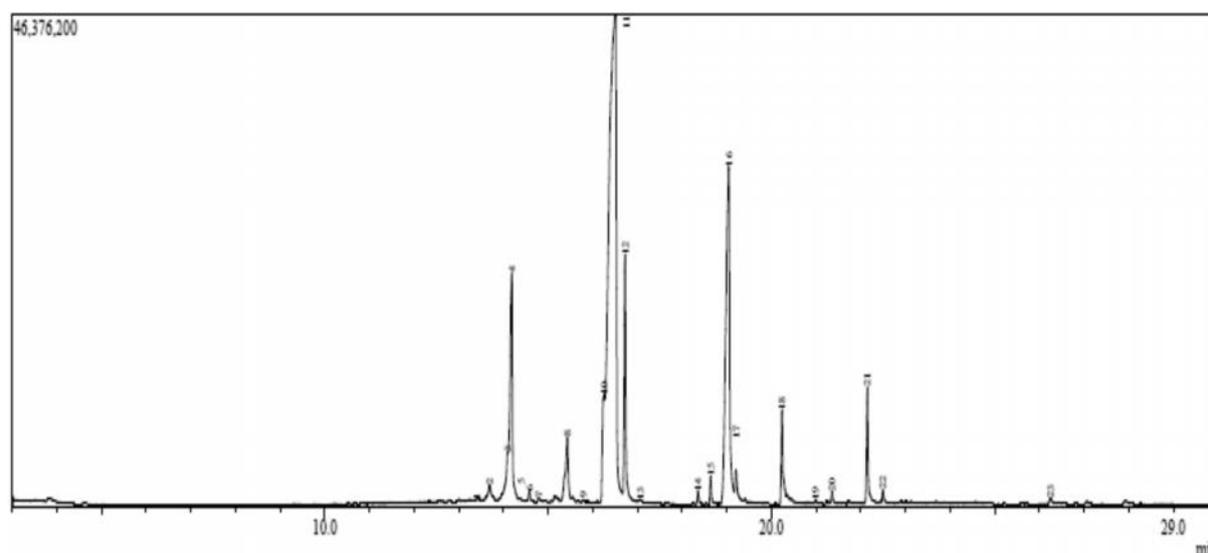


Figure 25 : Chromatogramme du Chlorpyrifos dans la tomate d'Ain-Naga

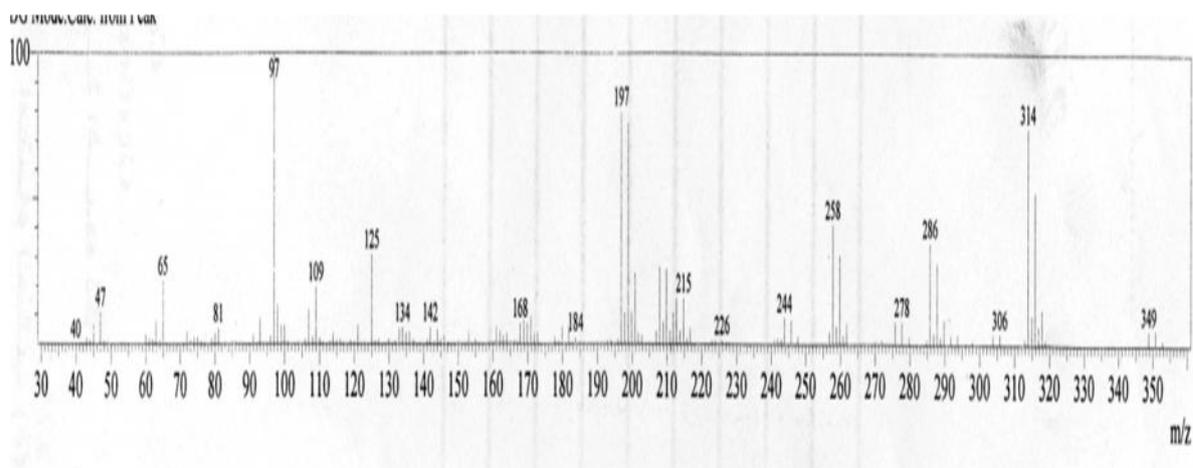


Figure 26: Spectre de masse d'échantillon de tomate Ain-Naga.

Dans ce cas un autre Chlorpyrifos qui peut être de la même famille qui est trouvé dans échantillon de tomate d'Ain-Naga nommé Chlorpyrifos-Phosphorothioicacid, O, O-diethyl O-(3,5, 6-trichloro-2-pyridinyl) ester est représenté par un temps de rétention 14.578 min, une surface de 20mm² et par hauteur 5,2cm.

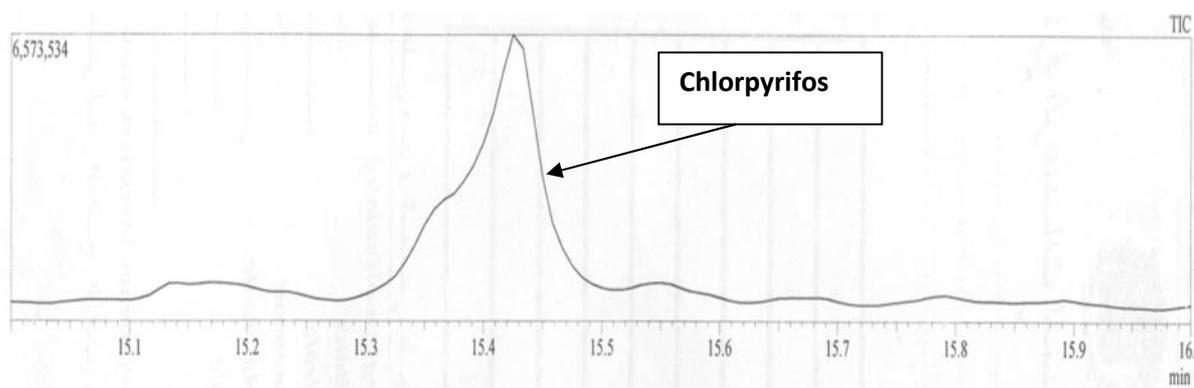


Figure 27 : Le pic de Chlorpyrifos dans échantillon de tomate Ain-Naga

IV.1.3. Les résidus dans la courgette (Sidi-Abdelaziz)

Le Chlorpyrifos est utilisé aussi sur la courgette contre l'oïdium à Sidi-Abdelaziz. Les conditions climatiques sous-serre sont favorables au développement de l'oïdium, un duvet blanc sur les deux faces des feuilles qui se dessèchent, qui se développe surtout par temps sec (20-25°C).



Figure 28:L'oïdium de courgette

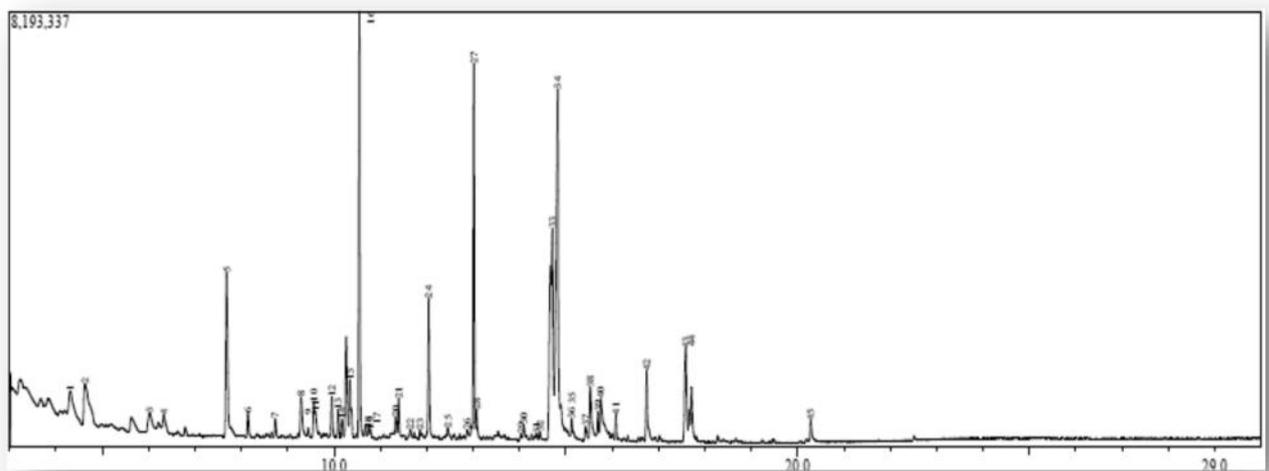


Figure 29 : Chromatogramme du Chlorpyrifos dans la courgette Sidi-Abdelaziz

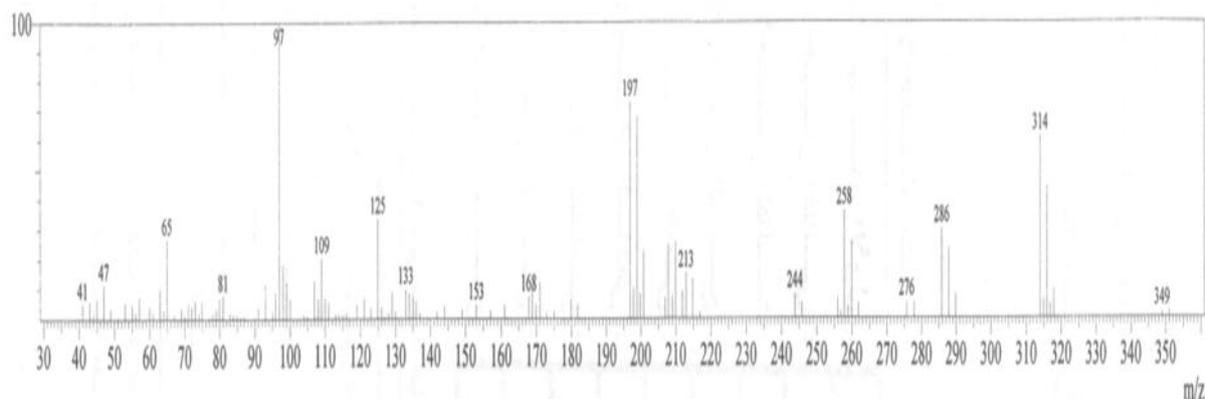


Figure 30: Spectre de masse d'échantillon de la courgette Sidi-Abdelaziz

Le Chlorpyrifos dans l'échantillon de la courgette de Sidi-Abdelaziz est représenté par un temps de rétention de 15.425 min, une surface de 2,8mm² et une hauteur de 2,2 cm.

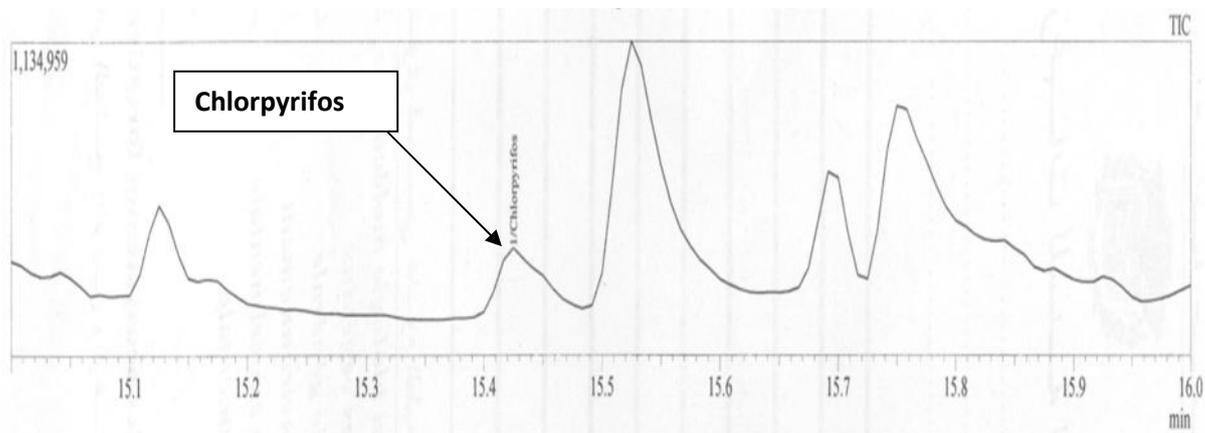
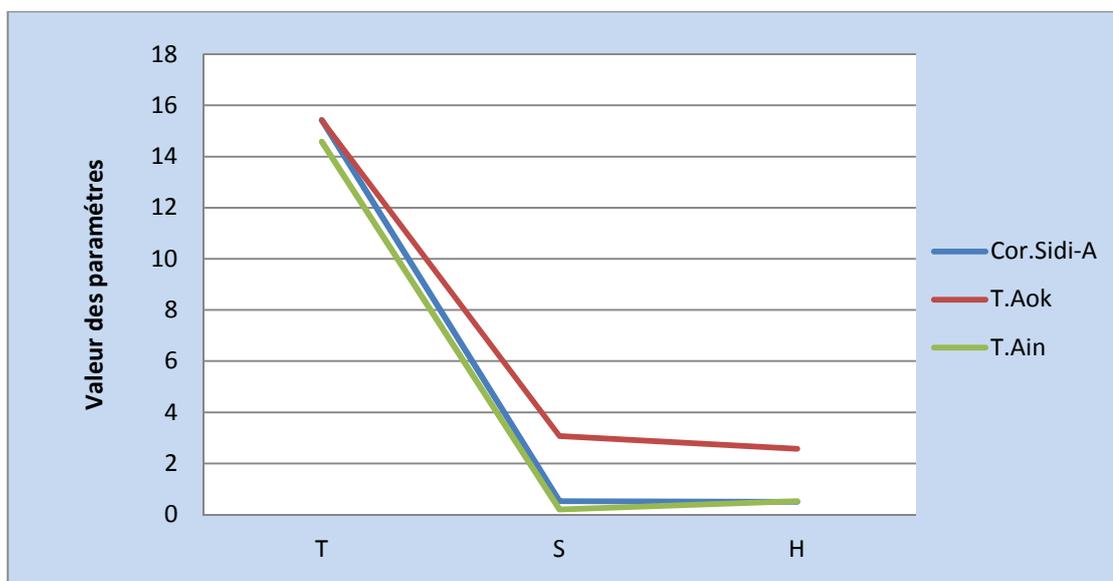


Figure 31 : Le pic de Chlorpyrifos dans échantillon de courgette Sidi-Abdelaziz.

Tableau VI : les Résultats de dosage des résidus de Chlorpyrifos dans la tomate (Aokas et Ain-Naga) et la courgette (Sidi-Abdelaziz) par (CPG- SM).

pesticide	légume	surface (mm ²)	temps de rétention (mn)	hauteur (cm)
chlorpyrifose (dursban)	tomate (aokas)	3.07	15.423	2.57
	tomate (ain-naga)	0.20	14.57	0.52
	courgette (sidi-abdelaziz)	0.52	15.425	0.50



Tr : Temps de rétention, **S** : surface, **H** : Hauteur, **Cor.Sidi-A** : courgette de Sidi-Abdelaziz, **T.Aok** : Tomate de Sidi-Abdelaziz, **T.Ain** : Tomate de Ain-Naga.

Figure 32 : La variation des trois paramètres (Tr, S, H) du pic de Chlorpyrifos réalisé par CPG-SM pour tomate d'Ain-Naga, tomate de Aokas et courgette de Sidi-Abdelaziz.

A partir de cette courbe, on remarque que le temps de rétention du pic de Chlorpyrifos est presque le même pour les trois échantillons de Tomates (Ain-Naga et Aokas) et de Courgette (Sidi-Abdelaziz) avec une valeur presque 15mn.

Alors que la surface et la hauteur du pic sont proches de 0 pour Tomate Ain-Naga et Courgette (Sidi-Abdelaziz) et sont différentes de celles de la tomate d'Aokas dont la valeur est proche respectivement de $3,5 \text{ mm}^2$ et de 2,6cm.

Les valeurs de la surface (S), de la hauteur (H) et le temps de rétention (TR) qui sont presque identiques pour le pic de Chlorpyrifos pour Courgette(Sidi-Abdelaziz) et Tomate. (Ain-Naga) montrent qu'ils ont la même masse de la formule chimique et ont presque absorbé la même concentration du produit phytosanitaire.

L'apparition, cependant, du Chlorpyrifos dans les échantillons de tomate (Aokas, Ain-Naga) et courgette (Sidi-Abdelaziz) est peut être due au prélèvement des échantillons juste après le dernier traitement, la date d'application est non respectée, ni le dosage non plus. Il peut être apparent ou révéler suite à une utilisation répétée des différents produits, et donc la dégradation de Chlorpyrifos est plus lente.

IV. 2. Résultat de dosage des résidus du Mancozèbe (Curzate) dans la tomate d'Aokas, le concombre (Sidi-Abdelaziz) et Les résidus d'herbicide N-(phosphonométhyl) glycine (Rophosate) dans la tomate (Ain-Naga) par (CPG-SM) .

Le mancozèbe est utilisé sur tomate à Aokas contre le mildiou, et sur Concombre (Sidi-Abdelaziz) contre la bactériose, maladie traduite par un flétrissement, un jaunissement, un dessèchement et un rabougrissement des parties végétales.



Figure 33: de bactériose de concombre

Le fongicide N-(phosphonométhyl) glycine est utilisé sur tomate (Ain-Naga) contre l'Alternariose, maladie cryptogamique et apparaît sous forme de tâches brunes au collet en pépinières, puis sur la tomate en plein champs, les feuilles s'élargissent en forme circulaire avec un dessèchement complet du collet.

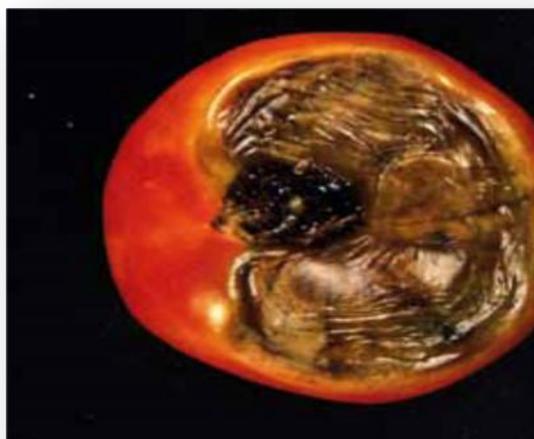


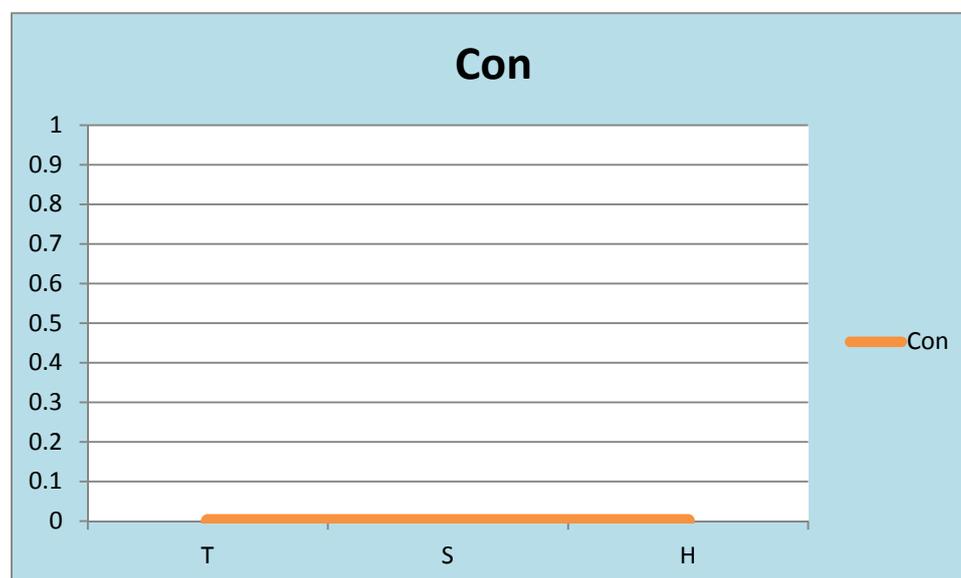
Figure 34: d'Alternariose de tomate

Il faut signaler que dans ce cas il y a eu absence totale des résidus de ce fongicide dans les échantillons dans la tomate (Aokas), le concombre (Sidi-Abdelaziz) et aussi du N-phosphonométhyl-glycine dans la tomate (Ain-Naga) suite au dosage par (CPG) couplée à la SM.

Pesticide	Légume	Surface (mm ²)	Tempe de rétention (mn)	Hauteur (cm)
Mancozèbe	Tomate(Aokas)	0	0	0
	Concombre (Sidi-Abdelaziz)	0	0	0

Tableau VII : les résultats sur tomate (Aokas) et concombre (Sidi-Abdelaziz).

Les résultats du tableau VII sont représentés sous forme de courbes



Tr : Temps de rétention, **S** : surface, **H** : Hauteur, **Con**: concombre.

Figure 35: la variation des trois paramètres (Tr, S, H) du Mancozèbe réalisée par CPG-SM pour tomate d'Ain-Naga et concombre (Sidi-Abdelaziz).

A partir de cette courbe, on remarque que le temps de rétention (T), la surface (S) et la hauteur (H) de l'échantillon sont nuls pour tomate Ain Naga et. Il en est de même pour Mancozèbe sur Concombre et Tomate Ain Naga.

Tableau VIII : le résultat trouvé sur tomate (Ain-Naga).

Pesticide	Légume	Surface (mm ²)	Tempe de rétention (mn)	Hauteur (cm)
N-(phosphonométhyl) glycine	Tomate(Ain-Naga)	0	0	0

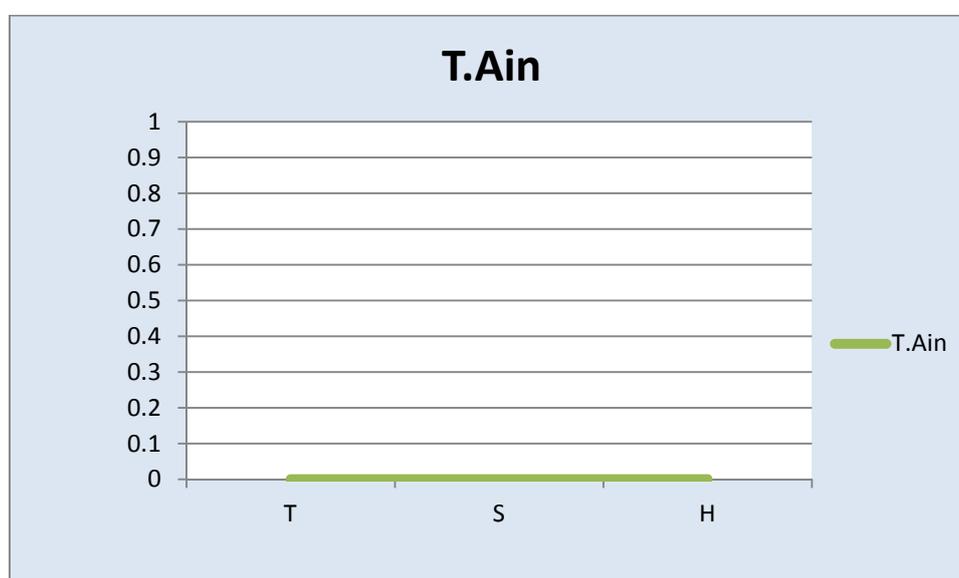


Figure 36 : la variation des trois paramètres (Tr, S, H) du pic de N-(phosphonométhyl) glycine réalisé par CPG-SM pour tomate d'Ain-Naga,

Les résultats obtenus dans les cas du concombre (Sidi-Abdelaziz) et tomate (Aokas et Ain-Naga) où aucune trace du Mancozèbe n'a été détectée et aussi dans le cas de la tomate où il n'y a aucune trace du N-(phosphonométhyl) glycine est peut être dû à :

- Un lessivage du produit suite à un arrosage fréquent.
- Le traitement n'a pas été fait du tout.
- Utilisation d'un autre produit autre que le Mancozèbe sur concombre (Sidi-Abdelaziz) et tomate (Aokas) et autre que N-(phosphonométhyl) glycine sur tomate (Ain-Naga)
- Utilisation d'un produit périmé.

- Les dates d’application communiquées par les agriculteurs ne sont pas réelles d’où utilisation antérieure, donc ces produits sont détruits par le soleil.
- leur absorption par les parties aériennes et les racines est négligeable ou dans le cas contraire, leur diffusion dans les légumes par la sève brute n’a pas eu lieu. Comme ils ont pu être pulvérisés sur les mauvaises herbes qui sont importantes par manque de désherbage ou binage et donc aucune trace n’a été retrouvée.
- Le produit n’est pas pulvérisé du tout sur le concombre (Sidi-Abdelaziz), tomate (Aokas) et tomate (Biskra).

CHAPITRE V
DISCUSSION GENERALE
ET CONCLUSION

V. DISCUSSION GENERALE

Pour l'identification des différents résidus de pesticides extraits à partir des échantillons, tomate, concombre, courgette, cultivés dans diverses régions et dosés par chromatographie en phase gazeuse (CPG) couplée avec spectrométrie de masse (SM), il nous a paru utile de nous baser sur le temps de rétention. Les dosages sont faits par la CPG couplé au SM de la faculté de S.N.V de l'universitaire de Jijel.

Notre recherche est basée sur la séparation des constituants à l'aide de la CPG et leur identification par le biais de la SM en comparant les valeurs des résultats spectraux avec celles de produits de référence appartenant à une banque contenant plusieurs bibliothèques de spectres.

Selon **Veronique, [2010]**, La CPG est une méthode analytique largement utilisée pour la séparation des composés présents dans un mélange, l'identification et le dosage des constituants chimiques dans des mélanges complexes.

La spectrométrie de masse (SM) est une méthode d'analyse qui repose sur la détermination des masses des espèces atomiques ou moléculaires individuelles. Elle permet de recueillir des informations sur la nature, la composition et la structure des espèces présentes dans l'échantillon analysé. Elle trouve des applications de plus en plus nombreuses dans des secteurs très divers, tels ceux de la chimie organique, de la biochimie, de la parachimie, de l'environnement, de l'agro-alimentaire, de la géochimie ainsi que dans toutes sortes de contrôles de procédés industriels [**Veronique, 2010**].

Le spectre de masse proprement dit est obtenu en bombardant la substance avec des électrons dont l'énergie est de l'ordre de 70 eV. Dans ces conditions, chaque molécule se brise et de nombreux fragments ioniques sont formés. La représentation graphique des abondances relatives de ces fragments ioniques en fonction de leur rapport masse sur charge (m/z) constitue le spectre de masse du composé introduit dans la chambre d'ionisation [**Veronique, 2010**].

Cette identification est qualitative donc on ne peut quantifier le taux de différents pesticides, C'est ainsi qu'on s'est contenté de la détermination qualitativement des produits par SM.

On a pas pu faire les solutions étalons et donc une quantification des résidus dans les aliments sont amplement consommés vu leur richesse en minéraux, de ce fait on ne peut pas commenter leur effet sur la santé de l'homme.

Beaucoup d'études ont pu mettre en évidence la présence permanente et préoccupante de résidus et multi-résidus contaminant les denrées alimentaires.

L'analyse de ces résidus est très complexe à cause de leurs propriétés physico-chimiques telles que la solubilité dans l'eau par exemple. Cette analyse permet non seulement la protection des consommateurs et des plantes, mais aussi un contrôle rigoureux de la pollution de l'environnement.

Afin d'éviter la contamination de ces denrées qui sont à l'origine d'intoxication chez l'homme et les animaux, il est donc recommande de respecter les délais d'emploi des pesticides avant la récolte.

Pluygers et al., 1994 ;VIEL, [1992] ont remarqué que les utilisateurs de pesticides sont plus souvent atteints par certains cancers (estomac, prostate, vessie, cerveau, lèvres, leucémies),

D'autres études montrent que les effets des pesticides organophosphorés comme chlorpyrifos et N-(phosphonométhyl) glycinesur les populations exposées professionnellement sont les troubles de mémoire, anxiété, irritabilité et dépression [**Jamal ,1997**].

Les résultats d'analyse des résidus de chlorpyrifos dans Les tomates (Aokas et Ain-Naga) et courgette (Sidi-Abdelaziz) par la CPG-SM montre que sont contaminées par ce produit , cette contamination résulte après l'analyse par un pic qui est caractérisé par un temps de rétention de 15.423 min ; une surface de 3.07 % et une hauteur de 2.57% pour la tomate (Aokas) et la courgette (sidi-Addelaziz), et un pic de la tomate (Ain-Naga) et caractérisé par un temps de rétention 14.578 min, une surface de 0.20 % et par une hauteur de 0.52 % .

La chlopyrifosa provoqué la perturbation de la mémoire, des altérations de l'activité, des modifications physiologiques ; d'anxiété, ainsi que la dépression chez les animaux comme les rongeurs. D'autre part, des troubles comportementaux ont été décrits à partir de différentes périodes d'exposition. La C.P.G. permet de séparer et de doser différents

composés d'une solution. Pour des conditions opératoires précises, chaque composé présente un pic avec un temps de rétention bien défini.

Nos résultats ont montré qu'il y a absence de résidus de Mancozèbe dans la tomate (Aokas) ;lacourgette (Sidi-Abdelaziz) et les résidus de herbicide N-(phosphonométhyl) glycine

Après la séparation des différents produits des échantillons de tomate(Aokas) et de courgette (Sidi-Abdelaziz) par CPG et leur identification par SM pour rechercher les résidus de fongicide Mancozèbe dans ces légumes. Puis un micro-ordinateur va assurer le traitement des données et fournir un spectre de masse

La présence de résidus de chlorpyrifos dansles tomates (Aokas et Ain-Naga) et courgette (Sidi-Abdelaziz) et l' absence des résidus de Mancozèbe et N-(phosphonométhyl) peuvent être s'expliqués par la doses appliquées et le nombre de traitements, la vitesse d'absorption de la chlorpyrifos est plus élevée que celle de Mancozèbe et N-(phosphonométhyl).

CONCLUSION

En milieu agricole, les pesticides sont utilisés pour protéger les cultures et les animaux d'élevage contre plusieurs organismes nuisibles : insectes, acariens, plantes indésirables, maladies parasitaires et rongeurs. Le secteur de la production agricole utilise la plus grande part des pesticides [**Gorse, 2005**].

Les conditions modernes de production agricole et l'évolution de l'industrie alimentaire font que les aliments peuvent contenir des résidus des produits étrangers, comme les pesticides. Malgré les multiples inconvénients que présente cette catégorie de produits chimiques l'homme ne peut se passer de leur utilisation dans le but d'éviter plusieurs problèmes parmi lesquels le développement de diverses maladies et la diminution du rendement agricole. A ce propos on recommande l'application d'une rigoureuse législation dans l'emploi de ces produits phytosanitaires.

La présence des pesticides dans les aliments en proportion très infimes ainsi que leurs caractéristiques comme la liposolubilité rendent difficile leur étude analytique. A cet effet, dans le but de leur dosage il ya plusieurs méthodes d'analyse parmi lesquelles la plus utilisée c'est la chromatographie en phase gazeuse (CPG) couplée a la spectrométrie de masse (SM).

Après analyse des différents résultats on peut dire que pour l'avenir la réduction de la contamination des aliments par les résidus de pesticides dangereux pour l'homme ne résident pas dans le retour à une agriculture naturelle traditionnelle (sans utilisation des produits chimiques). A cet effet, on souhaite qu'une étude plus approfondie de la physiologie des insectes soit faite qui permettra l'utilisation des produits sans danger pour les mammifères. Parmi ceux-ci, on a :

- Les produits agissants sur le comportement comme les répulsifs, les attractifs sexuels, les substances psychotropes et les phéromones.

- Les produits agissant sur la croissance des ravageurs.

***LES REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES***

LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. **ACTA., 2006.** Index phytosanitaire. 42éditions, p 824.
2. **Ahmed F. E., 2001.** Trends in Analytical Chemistry. vol 20 (1): p 649.
3. **Anonyme. 1997.** Analyse du milieu agricole dans la wilaya de Jijel. Bureau National Du Développement Rural. p 80.
4. **Ariaz E. M, Lopez P.E, MartinezC.E, Mejuto J, Garcia R.L.,2008.** The mobility and degradation of pesticides in soils and the pollution of ground water resources. Agric. Ecosystem. Environ.123: p 247-260.
5. **Atreya K, SitaulaB.K., 2010.**Mancozeb: growing risk for agricultural communities The short and long-term health consequences of pesticides are real. *Himalayan J. Sci.*6: p9-10.
6. **Auberto J.N, Barbier J.M, Carpentier A.,2005.**Pesticide, agricultures et environnement; produire l'utilisation des pesticides et en limiter les impacts environnementaux.p118.
7. **Barriuso E, Soulas G, Michel S., 2000.** Rétenion et dégradation des pesticides dans les sols.Hydrogéologie 1: p 49-56.
8. **Barriuso E, Houot S., 1996.** Rapid mineralization of the s-triazine ring of atrazine in soils in relation to soil management. Soil Biology and Biochemistry 28: p 1341-1348.
9. **Bedose C, Gabrielle B, Flura D,Durand B,Barriuso E.,2006.**Measurement of trifluration volatilization in the field Rotation to soil residue and effect of soil incorporation.Environ.pollut:144(3),p958-966.
10. **Bencheikh S.,2010.** Les pesticides définitions, classification et données de toxicovigilance. Toxicologie. 4: p1-16.
11. **Benoite P, Barriuso E,Bergheaud V, Etievant V.,2000.**Binding capacities of different soil size fraction in the formation of herbicide-bound residues. Agronomy,20(5), p505-512.
12. **Benzine M.,2006.**Les pesticides: toxicités résidus et analyse.p20.
13. **BolandJ, Koomen I, De Jeude J.V.L, Oudejans J., 2007.** Agrodok 29, Les pesticides: composition, utilisation et risques. Agromisa et ACTA, 2ème édition. p 124
14. **Boldt T.S, Jacobsen C.S.,2006.** Different toxic effects of the sulfonylurea herbicides metsulfuron methyl, chlorsulfuron and thifensulfuron methyl on fluorescent

pseudomonads isolated from an agricultural soil, *Fems Microbiology Letters* 161(1): p29-35.

15. **Boussahel R., 2001.** Recherche et dosage des pesticides présents dans l'eau en vue de leur élimination, Thèse de l'Université de Limoges, p 17.
16. **Briand O, Bertrand F, Seux R, Millet M.,2002.** The Science of the Total Environment, 288, 3, p 99-213.
17. **Calvet R, Barrioso E, Bedos C, Benoit P, Charnay M.P, Coquet Y.,2005.** Les pesticides dans le sol: Consequences Agronomiques et Environnementales. Paris: éditions FranceAgricole, 637p.
18. **Carole B, Pierre C., 2002.** Mass transfert of pesticides into the atmosphere by volatilization from soils and plants: overview agronomie: 22 -INRA, EDP sciences p21-33.
19. **CEAEQ.,1999.** Méthode d'analyse détermination du diquat et du paraquat: dosage par chromatographie en phase liquide. Chromatographie liquide avec la spectrométrie de masse en mode tandem. p 43-44.
20. **Cluzeau S, Patunelle M.C, Lhoutellier C., 2000.** Index phytosanitaire. Association decoordination technique agricole, ACTA, Paris: p 644.
21. **Craven C, Hoy S., 2005.** Pesticides persistence and bound residues in soil- regulatory significance, environmental pollution 133: p 5-9.
22. **Cross J.V, Walklate P.J, Murray R.A, Richardson G.M.,2001.** Crop Protection.P 20-13.
23. **Damien S, Agnès O, Marc B. , 2010.**La longue rémanence des pesticides et de leurs résidus dans les eaux : suivi dans les solutions du sol issues de drainage et de bougies poreuses cas d'une population de parcelles agricoles en lorraine après l'arrêt de leur utilisation. p 13-14.
24. **Damien A, Justine B, Julian G, Didier G.D., 2010.** Estimation des exposition de la population générale aux insecticides: les organochlorés, organophosphorés et les pyréthrinoides, p 8-9.
25. **Deng C., 2005.** Rapid analysis of essential oil from *Fructus Amoniby* pressurized hot water extraction followed by solid phase micro extraction and gas chromatography-mass spectrometry. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* 38, p326-331.
26. **Eisenhauer N., 2009.** No interactive effects of pesticides and plant diversity on soil microbial biomass and respiration, *Applied Soil Ecology* 42(1): p 31-36.

27. **El Mrabet K, Charlet P, Lalère B., 2008.** Les pesticides. Laboratoire National de métrologie et d'essais. p15.
28. **FAO. 1993.** Pesticide Residues in Food 1993. Report. FAO Plant Production and Protection Paper n° 122, Rome. p.151.
29. **Faurie C, Ferra C. H, Medori P, Dévaux J, Hemptinne J.L., 2003.** Ecologie : Approche Scientifique et Pratique. Paris, Tec et Doc, p 407.
30. **Fédération Régionale de Défense contre les Ennemis des Cultures (F.R.E.D.E.C.)** Nord-Pas-de-Calais Guide technique sur les bonnes pratiques phytosanitaire 2004.
31. **Gilbert M., 2010.** L'Algérie des origines, La Découverte. p 57.
32. **Hadjadj A. A, Messaoudi M., 2010.** Chromatographie en phase gazeuse (CPG), p 39-42-46.
33. **INRA., 2005.** Cemagref. : Institut Nationale de la Recherche Agronomique- Centre national du Machinisme Agricole, du Génie Rural, des Eaux et des Forêts) Pesticides, agriculture et environnement : réduire l'utilisation des pesticides et en limiter les impacts environnementaux.
34. **Inrs., 2010.** Fiche toxicologique FT 277 Mancozèbe. Services techniques et médicaux de l'institut national de recherche et de sécurité. Agence française de sécurité des aliments p8.
35. **Isabelle A, Yoann B, Anne B, Fabrice C, John M. F., Charles M, Laëtitia D., 2013.** Résistances aux insecticides, antiparasitaires, antibiotiques p71.
36. **ISMENE J.M, ABOU T, GABY S, REGINA G, SONJA P.S., 1993.** Pesticides et agriculture tropicale, dangers et alternatives. CTA, Centre Technique de Coopération Agricole et Rurale. 281 p.
37. **Jamal G.A., 1997.** Neurological symptoms of organophosphorus compounds, Adverse Drug React Rev 16: p 133-170
38. **Jean P.C, Christophe M., 2010.** Présentation des pesticides in: Produits phytosanitaires risques pour l'environnement et la santé. France: p 8.
39. **Jean J. G., Philippe L. 2005.** Pesticides, agriculture et environnement l'utilisation des pesticides et en limiter réduire les impacts environnementaux Décembre: p14-15.
40. **Jean P, Camard C., 2010.** Produits phytosanitaires Risques pour l'environnement et la santé: p8.
41. **Jokanovic M., 2009.** Medical treatment of acute poisoning with organophosphorus and carbamate pesticides. Toxicology Letters, vol 190(2):p107-115.

42. **Khachai S., 2001.** Contribution à l'étude du comportement hydro physiques des soles des périmètres d'I.T.D.A.S, plaine de l'Outaya. Thèse Magister., Ins. Agro. Université de Batna: p 223.
43. **Khadija E, Philippe C, Béatrice Lalère., 2008.** les pesticides: p15.
44. **Komarek M, Cadkova E, Chrastny V, Bordas F., Bollinger J.C., 2010.** Contamination of vineyard soils with fungicides: A review of environmental and toxicological aspects. Environment International. Vol. 36: p 138.
45. **Lfda., Roc., Un., 2002.** Homme, Nature et Pesticides. Dossier Conférence de Presse du 20 septembre: p 30.
46. **Loiseau L, BarriusoE.,2002.** Characterization of the atrazine's bound (nonextractable) residues using fractionation techniques for soil organic matter. Envi. Sci. Tech.36(4), p 683-689.
47. **Loper B.C, Gomez A.S, Rey G.M,Cancho G B,simal GJ., 2005.** Determination of carbamates and organophosphorus pesticides by SDME-GC in natural water, analytical and biomalytical chemistry. vol 383(4): p 557-561.
48. **Momas I, Caillard J .F, Lesaffre B., 2004.** Plan National Santé Environnement. Rapport de la Commission d'Orientation. La Documentation Française. p 296.
49. **Multigner L., 2005.** Effets retardés des pesticides sur la santé humaine. Environnement,risques santé. 4: p187-194.
50. **Niang A., 2001.** Utilisation des pesticides dans le Delta du fleuve Sénégal. Enquête auprès de 200 producteurs maraîchers et riziculteurs: p 135.
51. **Nicole B., 2012.** Les pesticides et leur impacts sur la santé et l'environnement, p 19-20
52. **Oerke E, Dehne, H., 1997.** Global crop production and the efficacy of crop production current situation and futures trends. European Journal of Plant Pathology. 103: 203- 215.
53. **Onil S, Louis S.O., 2001.** Observatoire Régional de Santé de Bretagne, Effets chroniques des pesticides sur la santé : état actuel des connaissances : <http://www.observatoirepesticides.gouv.fr/index.php?pageid=244>
54. **Opdcset., 2009.**(Office Parlementaire D'évaluation Des Choix Scientifiques et Technologiques).. Les effets des pesticides sur la santé humaine .Bulletin d'une Audition publique. 18p.
55. **Parta M, Zumeta E., 2002.** Implementing the Stockholm Treaty on Persistent Organic Pollutants. Occupational and medicine, 59, p 651-652
56. **Pluygers.,1994.** Pesticides et cancer humain, revue, Ed Aves, liège, 43p.

57. **Schwack W, Ntanzi S., 1995.** Second-derivative UV spectrometric microdetermination of dithiocarbamate residues as methyl xanthane. *J. AOAC Int.* 78:p 458-462.
58. **Sheppard B., 2010.** Mancozeb, past, present and future. *Plant Disease*94: p1076-1086.
59. **Steinwandter H., 1985.** Eine universelle on unemethode zur extraktion and isolierung von pestizidrückständen und weltchemikalien. *Freiesemius Z. Anal. Chem* 322: p 752-756.
60. **Testud F, Marcotullio E., 2001.** Les Dithiocarbamates. In : Testud F, Garnier R,
61. **Tissut D., 1979.** Les pesticides, éducation permanente, motion continue. *Presse Universitaire de Grenoble*: p 101-103.
62. **Veronique J., 2010.** Chromatographie en Phase Gazeuse Couplée à la Spectrométrie de Masse: p 1.
63. **Widenfalk A., 2008.** Effects of pesticides on community composition and activity of sediment microbes –responses at various levels of microbial community organization, *Environmental Pollution* 152(3): p.576-584.
64. **Yoann F., 2011.** Produits phytosanitaires : développement d'une méthode 'analyse multi-résidus dans les huiles essentielles par couplage de la chromatographie liquide avec la spectrométrie de masse en mode tandem. p 43-44.

Résumé

Notre travail a pour objectif, de rechercher les résidus de pesticides dans la tomate, la courgette et le Concombre cultivés sous serre dans trois zones différentes de l'Est Algérien à savoir Aokas (Bejaia), d'Ain-Naga (Biskra) et de Sidi-Abdelaziz (Jijel).

Les résultats obtenus après dosage du Chlorpyrifos par la chromatographie en phase gaz (C.P.G.) couplée à une spectrométrie de masse (CPG-SM) dans la tomate et la courgette montrent la présence de cet insecticide.

Le dosage des résidus de Mancozébe dans la tomate et le concombre et ceux du Glyphosate dans la tomate révèle qu'il n'ya aucune trace de ceux-ci. Dans ce cas, il est possible que les produits ne soient pas utilisés du tout, ou encore périmés, et dans le pire des cas traités à un état précoce d'où dégradation ou lessivage par arrosage des produits et donc une absence totale dans les légumes.

Mots clés: Pesticides, Cultures sous serres, Résidus, chromatographie en phase gazeuse, spectrométrie de masse, toxicité.

Abstract

Our work objectives were to assess the residual pesticide levels in tomato, zucchini and cucumber grown under glass and from different regions Aokas ,Ain Naga and SidiAbdelaziz. The results obtained after determination of residues of chlorpyrifos in tomato and zucchini (Sidi-Abdelaziz) by technique of gas chromatography coupled with mass spectrometry (GC-MS) shows an accumulation of residues of the insecticide on these vegetables.

The determination of residues of Mancozeb in tomato and cucumber and Glyphosate residues in tomato by the same technique shows that it contains no trace of these pesticides. In this case it is possible that the product is not used at all, the use of an expired product , wherein use of early degradation thereof or leaching Product

Keywords : Pesticides , glasshouse crops , residues , gas chromatography , mass spectrometry

الملخص

الهدف من هذه الدراسة هو البحث عن آثار المبيدات في الطماطم ,الكوسة و الخيار المزروعة في البيوت البلاستيكية في مناطق مختلفة من الشرق الجزائري مثل :عين ناج , و سيدي عبد العزيز و أوقس.

إن النتائج المتحصل عليها بعد تحديد مخلفات Chlorpyrifos باستخدام تقنية chromatographie en phase gazeuse و spectrométrie de masse (CPG-SM) في الطماطم , الكوسة والخيار تؤكد وجود تراكم مخلفات هذا المبيد الحشري.

بإتباع نفس منهجية معايرة Chlorpyrifos بتقنية (CPG-SM) تؤكد عدم وجود اثر لـ Mancozeb و Glyphosate في هذه الخضار. يمكننا القول في هذه الحالة بان هذه المواد لا تستعمل على الإطلاق , قديمة , أتلفت أو غسلت عن طريق الري.

الكلمات المفتاحية : المبيدات , البيوت البلاستيكية , المخلفات , chromatographie en phase gazeuse , spectrométrie de masse