

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou

Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques

Département des Sciences Agronomiques



THESE

En vue de l'Obtention du Diplôme de Doctorat Es-Sciences

Option : Sciences Agronomiques

Thème

Impacts à long terme de boues résiduelles et d'eaux usées épurées urbaines sur les sols agricoles de Corso wilaya de Boumerdes :

Paramètres agronomiques, concentrations et spéciations des éléments traces métalliques.

Présentée par :

Mr CHERFOUH Rabia

Le, 15. JUIN. 2019

Devant le jury composé de

KROUCHI Fazia	MCA.	UMM-Tizi-Ouzou	Présidente
DERRIDJ Arezki	Professeur	UMM-Tizi-Ouzou	Directeur
LUCAS Yves	Professeur	Univ.Toulon	Co-directeur
MOUHOUCHE Brahim	Professeur	ENSA-Alger	Examineur
BOUDIAF NAIT KACI Malika	MCA	UMM-Tizi-Ouzou	Examinatrice
SIDI Hachemi	MCA	UAM-Bejaia	Examineur
MERDY Patricia	MC-HDR	Univ. Toulon	Invitée

Remerciements

La finalisation de cette thèse est rendu possible grâce à l'attribution d'une bourse PNE par le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Algérien et collaboration aussi du Laboratoire PROTEE de l'université de Toulon qui a bien voulu m'accueillir durant mon séjour. J'exprime mes profonds remerciements aux personnels administratifs du Ministère, du Consulat d'Algérie à Nice et des universités Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou et de Toulon (Département, faculté, SRI, service Informatique, hébergement ... etc.).

Je tiens à remercier mon Directeur de thèse le **Professeur DERRIDJ Arezki**, qui m'a toujours motivé et soutenu et qui a usé de toutes ses énergies pour franchir les écueils, même quand il ne restait qu'une nuance d'espoir. Mon Co-Directeur de thèse le **Professeur LUCAS Yves**, qu'il trouve ici toute ma reconnaissance pour sa confiance, sa sensibilité à mes préoccupations et de m'avoir accueilli, écouté et ouvert la porte de PROTEE. Ma profonde gratitude s'adresse également au **Dr MERDY Patricia**, sa rigueur, sa disponibilité et sa clairvoyance m'ont permis d'atteindre les objectifs tracés et imprégner une pertinence scientifique aux objectifs du sujet. Merci à Patricia et Yves de m'avoir aussi guidé sur le chemin des différents protocoles et offert les meilleures conditions de travail. Séquentiels ou sélectifs, on doit veiller à vérifier continuellement la réalisation du but alloué à chacune des étapes des protocole et mettre en place des Indicateurs « gardes fous » d'une exécution complète et efficace, donc jamais appliquer un protocole "yeux fermés".

J'adresse mes vifs remerciements au **Dr Mounier Stéphane**, directeur du laboratoire PROTEE, pour son accueil chaleureux et son éternelle disponibilité qui m'ont permis d'accomplir les manips rallonges où le jour devait piétiner sur la nuit. Merci, Steph pour la confiance, l'initiation à la fluo, au compost et la caractérisation des acides humiques.

Je remercie **Mme KROUCHI F.**, Maitre de Conférence de classe A et Directrice du Laboratoire PAPVDA pour son soutien et ses encouragements et de m'avoir fait l'honneur de présider ce jury. Les membres de jury ont beaucoup enrichis cette thèse, je tiens à remercier plus particulièrement les examinateurs **Mr le Professeur MOUHOUCHE B.**, **Mme le Dr NAIT-KACI-BOUDI AF M.**, et le **Mr le Dr SIDI H.**, d'avoir consacré leurs temps et leurs critiques constituent une valeur ajoutée scientifique à ce travail.

Je suis également reconnaissant aux exploitants agricoles de Boumerdes pour m'avoir autorisé à travailler sur leurs parcelles ainsi que l'administration et les techniciens des Steps de l'ONA pour leur accueil, leur disponibilité et leur collaboration durant la prise d'échantillons de boues et des eaux, et les informations partagées sur la valorisation agricoles.

Mon équipe à Toulon, non seulement elle est accueillante mais adoptive. D'abord tasse de café de Steph, chez Christophe leçon d'hygiène, sécurité des uns et des autres et petites signatures. L'odeur de nouveaux arrivés est fugace, elle est vite submergée par les manips des chimistes et des bio. Un grand merci à l'ensemble des collègues pour les informations partagées durant les Anim-Mardi, les réunions d'équipes et les nombreuses conférences sur les méthodologies d'approches et de prise en charge des diverses contraintes environnementales dans les domaines continental et marin.

Un grand merci à **Gaël DURRIEU** et **Christophe LE POUPON**, pour l'aide précieuse, les astuces de chimistes, et leurs disponibilités sans qui, il aurait été difficile de venir à bout des nombreuses manips et mesures.

Une pieuse pensée à la mémoire de **Cédric Garnier** coordinateur de l'équipe CAPTE, puisse Dieu t'accorde sa grâce et sa grande miséricorde et à toi Véronique que Dieu tout puissant t'accorde courage et santé à toi et tes charmants enfants. Véro merci d'avoir rendu les départs moins tristes dans un air d'art et de carnaval.

Les thésards, les profs invités et ingénieur que j'ai eu la chance de rencontrer et que je remercie particulièrement ; **Jean Pierre GANIER, Huy DANG, Ayoub NOUHI, Ismahen SAMAALI, Tanalou DJAE, Bruna ROSSIN, Amanda TADINI, Amandine ANDERSON, Cédric DOUPOUX, Cheikh Tidiane GADIO, Ibrahim EL NAHHA, Youcef** , leurs gentillesse, leurs esprits de partages et leurs aides ont contribué à l'avancée de mon travail, je vous souhaite beaucoup de réussite dans vos carrières respectives et beaucoup de bonheur.

Merci aux irréductibles de la salle à café : **Roland, Natacha, Floriane, Jean Louis, Dominique, Christian, Nathalie, Véronique, Lucie, Benjamin, Mina, Valérie, Marie-Christine, Houssam, Leticia** ... pour toute l'ambiance des pauses déjeuner : moments où se côtoient sérénité et folies, phyllo et fiction, rugby et biologie dans une stratosphère culinaire allant du raffiné au nucléaire et du bio à la cucina di Nitta.

Je remercie très chaleureusement les Mounier Steph, Sophie, Lili, Joseph de m'avoir ouvert la porte de leur maison de m'avoir accueilli à plusieurs occasions : weekend, fêtes, pétanque et cinéma ; j'espère avoir l'opportunité de vous recevoir chez moi. Une mention spéciale à Madi, Estelle, Noham, ma famille à Marseille, pour la disponibilité et la gentillesse qui m'ont facilité amplement les nombreux déplacements, votre venue sur Alger est attendue par toute ma famille.

Mes remerciements s'adressent aussi à mes collègues et mes étudiants, **Saadi S, Benmamar H ; Kennas R ; Yahia Cherif L ; Yataguen L ; Chikhi Y ; Abdelwahab A ; Ouali K, Ait Ouazzou D.** ; ce travail c'est aussi le leur, vos questions, votre participation au labo et sur terrain m'ont été d'un grand apport, une source d'appui et d'encouragement pour venir à bout de cette thèse.

Ces remerciements seraient bien incomplets si ma famille n'y était pas associée. Tanmirt i Da El Hadj LEFKI pour son aide et son soutien. Que mes parents, ma femme, mes frères et sœurs, mes nièces et neveux, trouvent ici toute ma gratitude pour votre soutien indéfectible et inestimable, que Dieu vous garde.

À ma petite nièce Elina.

Table des Matières

Liste des Figures	xiii
Liste des Tableaux.....	xv
Liste des Abréviations	xviii
Introduction Générale.....	1

Chapitre I. Synthèse Bibliographique

I.1. Boues et Eaux Usées urbaines	3
I.1.1. Introduction.....	3
I.1.2. Fonctionnement d'une station d'épuration	3
I.1.2.1. Prétraitements physiques.....	4
I.1.2.2. Traitements primaires	4
I.1.2.3. Traitements secondaires.....	5
I.1.2.4. Traitements tertiaires	6
I.1.3. Eaux usées épurées EUE.....	6
I.1.3.1. Composition chimique et biologique	7
I.1.3.1.1. Sels solubles.....	7
I.1.3.1.2. Eléments nutritifs	9
I.1.3.1.3. Eléments Traces Métalliques	10
I.1.3.1.4. Composés toxiques organiques.....	10
I.1.3.1.5. Microorganismes pathogènes.....	11
I.1.3.2. Intérêts agronomiques	12
I.1.3.3. Réutilisation des eaux usées dans le monde.....	12
I.1.4. Boues résiduaires urbaines.....	14
I.1.4.1. Composition des boues résiduaires urbaines	14
I.1.4.2. Valorisation agricole des boues	14
I.1.4.2.1. Intérêts agronomiques des boues.	15
I.1.4.2.2. Valorisation agricole des boues en Algérie.....	17
I.1.4.3. Autres voies d'élimination des boues	17
a. Incinération.....	18
b. Mise en décharge.....	18
I.1.4.4. Risques environnementaux liés aux boues.....	18
a. Risques biologiques liés aux organismes pathogènes	19
b. Risques chimiques liés aux Eléments Traces Métalliques (ETM)	19
c. Risques chimiques liés aux Composés Traces Organiques (CTO).	21
I.1.5. Cadre réglementaire pour les boues et des eaux usées.....	21
I.1.5.1. Cadre réglementaire en Algérie	22
I.1.5.2. Directive européenne 86/278/CEE.....	24
I.1.5.3. Flux des ETM au sol	24
I.1.6. Conclusion	25
I.2. Matières organiques dans le sol	26
I.2.1. Introduction.....	26
I.2.2. Matières organiques vivantes.....	26
I.2.3. Matières Organiques fraîches	27
I.2.4. Composés organiques stabilisés.....	28
I.2.5. Matières organiques solubles	28
I.2.6. Composition chimiques des substances humiques.....	28

I.2.7. Relation matières organiques-fraction minérale	29
I.2.8. Interaction matières organiques-métaux	30
I.2.9. Conclusion	32
I.3. Eléments Traces Métalliques (ETM) dans le sol	33
I.3.1. Introduction.....	33
I.3.2. Origine des ETM.....	34
I.3.2.1 Sources naturelles	34
I.3.2.2. Sources anthropiques	34
I.3.3. Spéciation et impacts environnementaux.....	35
I.3.4. Les Eléments Traces Métalliques étudiés	36
I.3.4.1 L'Argent (Ag)	36
I.3.4.1.1. Caractéristiques générales.....	36
I.3.4.1.2. Spéciation de l'Ag dans le sol.....	37
I.3.4.2. Le Cadmium (Cd)	37
I.3.4.2.1 Caractéristiques générales du Cd.....	37
I.3.4.2.2 Spéciation du Cd dans le sol	39
I.3.4.3. Le Chrome (Cr).....	39
I.3.4.3.1. Caractéristiques générales du Cr.....	39
I.3.4.3.2. Spéciation du Cr dans le sol.....	40
I.3.4.4. Le Nickel (Ni).....	41
I.3.4.4.1. Caractéristiques générales du Ni.....	41
I.3.4.4.2. Spéciation du Ni dans le sol.....	42
I.3.4.5. Le Cuivre (Cu).....	43
I.3.4.5.1. Caractéristiques générales du Cu	43
I.3.4.5.1. Spéciation du Cu dans le sol	44
I.3.4.6. Le Plomb (Pb).....	45
I.3.4.6.1. Caractéristiques générales du Pb.....	45
I.3.4.6.2. Spéciation du Pb dans le sol.....	46
I.3.4.7. Le Zinc (Zn).....	47
I.3.4.7.1. Caractéristiques générales du Zn	47
I.3.4.7.2. Spéciation du Zn dans le sol	48
I.3.4.8. Le Titane (Ti).....	48
I.3.4.8.1. Caractéristiques générales du Titane.....	48
I.3.4.8.2. Spéciation du Ti dans le sol.	49
I.3.4.9. Le Cobalt (Co)	49
I.3.4.9.1. Caractéristiques générales du Co	49
I.3.4.9.2. Spéciation du Co dans le sol	50
I.3.5. Concepts de biodisponibilité des ETM	51
I.3.5.1. Disponibilité environnementale	52
I.3.5.2. Biodisponibilité environnementale	52
I.3.5.3. Biodisponibilité toxicologique.....	53
I.3.6. Biodisponibilité et évaluation du risque.....	53
I.3.7. Conclusion	53

Chapitre II. Milieu Naturel de l'Etude

II.1. Aspects généraux.....	55
II.1.1. Situation géographique.....	55
II.1.2. Les sols.....	55
II.1.3. Le climat.....	57

II.1.3.1. Pluviométrie et Températures	57
II.1.3.2. Quotient pluviothermique	59
II.1.3.3. Les Vents	60
II.1.4. Utilisation actuelle des terres agricoles	60
II.2. Gestion des eaux usées et des boues.....	63
II.2.1. Contexte général et stratégie nationale	63
II.2.2. Valorisation des eaux usées épurées.....	64
II.2.3. Valorisation des boues résiduaires urbaines	65
II.2.4. Présentation de la Step de Boumerdes	67
II.2.5. Conclusion.....	70

Chapitre III. Matériel et Méthodes

III.1. Echantillonnage des sols et des boues.....	71
III.1.1. Prétraitement des échantillons des sols	73
III.1.2. Prétraitements des échantillons de boues	74
III.2. Paramètres analytiques mesurés.....	74
III.2.1. Granulométrie des sols	74
III.2.2. Densité apparente (Da).....	74
III.2.3. pH-eau	75
III.2.4. Conductivité Electrique (CE).....	75
III.2.5. Bilan ionique	76
III.2.6. Capacité d'Echange Cationique (CEC)	77
III.2.7. Matières Organiques	77
III.2.7.1. Matières Organiques Extractibles à l'Eau (WEOM)	77
III.2.7.1.2. Carbone Dissout dans l'Eau.	78
III.2.7.1.3. Le Carbone organique Particulaire.....	80
III.2.7.1.4. Absorbance UV-Visible des MOD.....	80
III.2.7.1.4.1. Indice SUVA254 (Specific UV Absorbance).....	81
III.2.7.1.4.2. Indice E2/E3.....	82
III.2.8. Concentration des Eléments Traces Métalliques (ETM).....	82
III.2.8.1. Introduction	82
III.2.8.2. Procédure de l'extraction séquentielle	83
III.2.8.3.1. Fraction échangeable	83
III.2.8.3.2. Fraction Acido-soluble.....	84
III.2.8.3.3. Fraction Réductible	84
III.2.8.3.4. Fraction oxydable liée aux matières organiques	84
III.2.8.3.5. Fraction résiduelle.	84
III.2.8.4. Protocole d'Extraction Séquentielle adopté	85
III.2.8.5. Dosage de la Concentration des ETM.....	87
III.3. Analyses statistiques des données.....	88

Chapitre IV. Résultats et Discussion

IV.1 Evaluation des propriétés agronomiques	89
IV.1.1. Propriétés agronomiques de la boue et des EUE	89
IV.1.2. Propriétés agronomiques des sols étudiés	90
IV.1.2.1. Composition Granulométrique.....	90
IV.1.2.2. Densité Apparente.....	91
IV.1.2.3. pH et Conductivité Electrique	92
IV.1.2.4. Capacité d'Echange Cationique	93

IV.1.2.5. Matières Organiques	93
IV.1.2.6. Teneur en Carbone Organique Total (COT)	94
IV.1.2.7. Matières Organiques Extraites à l'Eau (WEOM)	95
IV.1.2.8. Azote Total.....	97
IV.1.2.9. Rapport C/N de la boue et des sols	98
IV.1.2.10. Nutriments extraits à l'eau	98
IV.1.3. Analyse statistique multivariée	100
IV.1.4. Conclusion	101
IV.2. Propriétés Spectrophotométriques des MOD.....	102
IV.2.1. Absorbance des MOD des Sols, de la Boue et des EUE.....	102
IV.2.2. Indices Caractéristiques, SUVA254 et E2/E3 des MOD.....	103
IV.2.3. Conclusion	106
IV.3. Concentration et Spéciation des ETM	107
IV.3.1. Le Cuivre (Cu)	107
IV.3.1.1. Teneurs totales du Cu dans la boue et EUE	107
IV.3.1.2. Teneurs totales du Cu dans les sols.....	107
IV.3.1.3. Distribution du Cu sur le profil du sol	108
IV.3.1.4. Affinité du Cu aux phases porteuses du sol	109
IV.3.1.5. Affinité et biodisponibilité du Cu dans le sol.....	111
IV.3.2. Le Plomb	112
IV.3.2.1. Teneurs totales du Pb dans la boue et EUE.....	112
IV.3.2.2. Teneurs totales du Pb dans les sols	112
IV.3.2.3. Distribution du Pb sur le profil du sol.....	113
IV.3.2.4. Affinité et biodisponibilité du Pb dans le sol	114
IV.3.2.5. Affinité du Pb sur le profil du sol.....	116
IV.3.3. Le Nickel.....	118
IV.3.3.1. Teneurs totales du Ni dans la boue et les EUE	118
IV.3.3.2. Teneurs totale du Nickel dans les sols	118
IV.3.3.3. Distribution du Ni sur le profil du sol	119
IV.3.3.4. Affinité et biodisponibilité du Ni dans le sol	119
IV.3.3.5. Affinité du Ni sur le profil du sol.....	120
IV.3.3.6. Affinité et biodisponibilité du Ni dans le sol	121
IV.3.4. Le Chrome	123
IV.3.4.1. Teneurs du Cr dans la boue et les EUE.....	123
IV.3.4.2. Teneurs totales du Cr dans les sols.	123
IV.3.4.3. Distribution du Cr sur le profil du sol	123
IV.3.4.4. Affinité du Cr aux phases porteuses.....	124
IV.3.4.5. Affinité du Cr sur le profil du sol.....	126
IV.3.4.6. Affinité et biodisponibilité du Cr dans le sol	127
IV.3.5. Le Zinc	128
IV.3.5. 1. Teneurs totales du Zn dans la boue et EUE	128
IV.3.5.2. Teneurs totales du Zn dans les sols.....	129
IV.3.5.3. Distribution du Zn sur le profil du sol.....	129
IV.3.5.4. Affinité du Zn en fonction des phases porteuses.....	130
IV.3.5.5. Affinité du Zn sur le profil du sol	132
IV.3.5.6. Affinité et biodisponibilité du Zn dans le sol.....	133
IV.3.6. Le Cobalt.....	134
IV.3.6.1. Teneurs totales du Co dans la boue et les EUE.....	134
IV.3.6.2. Teneurs totales du Co des sols	135

IV.3.6.3. Distribution du Co sur le profil du sol	135
IV.3.6.4. Affinité du Co aux phases porteuses du sol	137
IV.3.6.5. Affinité et biodisponibilité du Co dans le sol.....	138
IV.3.7. Le Cadmium.....	140
IV.3.7.1. Teneurs totales du Cd dans la boue et EUE	140
III.3.7.2. Teneurs totales du Cd dans les sols	140
IV.3.7.3. Affinité et biodisponibilité du Cd dans le sol.....	141
IV.3.8. L'Argent.....	142
IV.3.8.1. Teneurs totales de l'Ag dans les sols, la boue et EUE	142
IV.3.8.2. Affinité de l'Ag aux phases porteuses du sol.....	144
IV.3.9. Le Titane	145
IV.3.9.1. Teneurs en Ti dans la boue, EUE et les sols	145
IV.3.9.2. Distribution du Ti sur le profil du sol.....	146
IV.3.9.3. Affinité du Ti aux phases porteuses du sol	147
IV.3.9.4. Affinité et biodisponibilité du Ti dans le sol.....	148
IV.4. Concentration et impact environnemental des Métaux	149
IV.4.1. Comparaison à la Norme AFNor 44-041	149
IV.4.2. Concentration des ETM dans la boue.	152
IV.4.3. Impacts environnementaux et facteurs de contaminations.....	153
IV.5. Analyse statistique des données des ETM.	156
IV.5.1. Analyse de la variance.	156
IV.5.2. Analyse en Composantes Principales.....	157
IV.6. Conclusion.	160
IV.6. Long-term, low technicality sewage sludge amendment and irrigation with treated wastewater under Mediterranean climate: impact on agronomical soil quality.	162
IV.6.1. Abstract.	162
IV.6.3. Study site.....	164
IV.6.4. Materials and methods.	166
IV.6.4.1. Soil sampling.	166
IV.6.4.2. Analysis.....	166
IV.6.5.2. Granulometry and dry bulk density.....	168
IV.6.5.3. Soil pH.	168
IV.6.5.4. Cation exchange capacity CEC.....	169
IV.6.5.5. Electrical conductivity EC.	169
IV.6.5.6. WEOC.....	171
IV.6.5.7. SUVA254 index.....	171
IV.6.5.8. Water extractable nutrients.	172
IV.6.5.9. Bioavailability of trace elements.....	173
IV.6.5.10. PCA.....	175
IV.6.6. Conclusion	176
IV.6.8. References.....	177
V. Conclusion Générale et Perspectives	182
VI. Références Bibliographiques	186
VII. Annexes	197

Liste des Figures

Figure 1. Schéma d'une filière de traitement des eaux usées (Degrémont, 1989).	4
Figure 2. Schéma du procédé d'épuration des eaux usées à boues activées (Degrémont, 1989).	5
Figure 3. Volume moyen (m ³ /jour) des eaux usées recyclées dans quelques pays euroasiatiques et du pourtour méditerranéen (Jiménez et Asano, 2008).	13
Figure 4. Schéma d'élimination des boues résiduaires urbaines.	15
Figure 5. Composition des déchets municipaux en Algérie (Kehila, 2014).	23
Figure 6. Evolution des matières organiques dans le sol (Duchaufour, 1997).	27
Figure 7. Phases porteuses du Cu dans le sol (Ross, 1994).	45
Figure 8. Carte du découpage administratif de la wilaya de Boumerdes (DPAT, 2013).	55
Figure 9. Carte des sols de Boumerdes (BNEDER, 2004).	56
Figure 10. Pluviométrie interannuelle 2000-2010 pour Boumerdes (ONM, Dar El Beïda).	57
Figure 11. Diagramme Ombrothermique de Bagnouls et Gausson pour Corso (données ONM- Dar El Beïda, 2000-2010).	58
Figure 12. Climagramme d'Emberger pour Corso (données ONM Dar El Beïda, 2000-2010).	59
Figure 13. Situation géographique de la commune de Corso.	61
Figure 14. Destinations des boues urbaines pour l'année 2012 (Ladjal et Abbou, 2016).	64
Figure 15. Volumes d'EUE produites et réutilisées dans l'année (ONA, 2015).	65
Figure 16. Répartition géographique des Step (★) des wilayas de Boumerdes et Tizi-Ouzou.	66
Figure 17. Evolution des volumes de boues produites et épandues à Tizi-Ouzou (ONA, 2015).	67
Figure 18. Situation de Step urbaine de Boumerdes par rapport aux parcelles étudiées.	69
Figure 19. Démarche adoptée dans notre travail.	71
Figure 20. Situation géographique des parcelles étudiées (source : Google Earth, 2013).	72
Figure 21. Position et profondeurs de prélèvement des échantillons de sols.	73
Figure 22. Prétraitements (séchage/tamissage) des échantillons de sols et de la boue.	73
Figure 23. Prélèvement d'échantillon pour la détermination de la densité apparente.	74
Figure 23(a,b,c,d). Appareillage et solutions aqueuses en phase de préparation ou de mesure des paramètres physico-chimiques.	75
Figure 24. Appareil de Chromatographie Ionique (Dionex DX 120) couplé à un échantillonneur automatique (AS-40).	76
Figure 25. Spectre de Chromatographie ionique présentant les pics relatifs aux anions.	77
Figure 26. Analyseur TOC-V (SHIMADZU) couplé à un passeur d'échantillons ASI-V.	79
Figure 27. Spectrophotomètre UV (a) et exemple de spectre d'absorbance (b) des MOD.	81
Figure 28. Digestion des échantillons de sols et de la boue, (a) <i>Echantillon + eau régale dans les tubes réacteur en Téflon</i> (b) <i>Cycle de digestion des échantillons</i> (c) <i>Affichage des paramètres de digestion</i> (d) <i>Graphe des conditions (T° et P) par échantillon.</i>	86
Figure 29. Schéma de la procédure de dosage des ETM par ICP-AES.	88
Figure 30. Valeurs de la CEC des sols en fonction de la profondeur.	93
Figure 31. Teneur moy (%) en COT des sols sur la profondeur de 0 à 40cm.	94
Figure 32. Teneurs (mg.kg ⁻¹) en carbone total dissout (TC) des extraits à l'eau.	96
Figure 33. Relation Da et COD dans les sols S-SS, S-TW et S-STW.	96
Figure 34. Carbone organique et inorganique (%) dans la boue, les EUE et les sols.	97
Figure 35. Teneur (%) en Azote total des sols sur la profondeur de 0 à 40cm.	98
Figure 36. Absorbance des WEOM des sols entre 250 et 500nm.	102
Figure 37. Absorbance des WEOM de la boue.	102
Figure 38. Absorbance des WEOM de EUE.	103
Figure 39. Absorbance des WEOM du sol S-TW irrigué avec les EUE.	103
Figure 40. Relation entre la densité apparente, le SUVA et l'indice E2/E3.	105
Figure 41. Proportion (%) de la teneur en Cuivre par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).	110

Figure 42. Proportion en Cu (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.	112
Figure 43. Teneur totale (mg.kg ⁻¹) en Pb des sols en fonction de la profondeur	114
Figure 44. Proportions (%) de la teneur en Plomb par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).	116
Figure 45. Proportions des fractions porteuses de Pb en fonction de la profondeur des sols.....	117
Figure 46. Proportions (%) de la teneur en Ni par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).....	122
Figure 47. Proportions du Nickel (%) des fractions potentiellement biodisponible et de la fraction résiduelle dans les sols.	122
Figure 48. Proportions (%) de la teneur en Cr par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).....	125
Figure 49. Proportions du chrome (%) des fractions potentiellement biodisponible et de la fraction résiduelle dans les sols.	128
Figure 50. Teneurs totales (mg.kg ⁻¹) en Zn des sols en fonction de la profondeur.	130
Figure 51. Proportions (%) de la teneur en Zinc par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).	131
Figure 52. Proportions de Zn (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.	134
Figure 53. Teneurs en Cobalt (mg/kg) des sols en fonction de la profondeur.	136
Figure 54. Proportion (%) de la teneur en Cobalt par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).	138
Figure 55. Proportions (%) de Co des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.	139
Figure 56. Teneurs totale (mg.kg ⁻¹) en Cadmium des sols en fonction de la profondeur.	141
Figure 57. Teneurs totales (mg.kg ⁻¹) en Ag des sols en fonction de la profondeur.....	143
Figure 58. Proportions d'Ag (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la F-res.....	144
Figure 59. Teneurs en Titane (mg.kg ⁻¹) des sols en fonction de la profondeur.....	146
Figure 60. Teneurs en Titane (mg.kg ⁻¹) des fractions porteuses dans les sols.	147
Figure 61. Proportion en Titane (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.	148
Figure 62. Teneurs en ETM dans les sols comparées à la norme AFNor 44. 041.	151
Figure 63. Croissance de la teneur totale des ETM par rapport au sol témoin S-NA	152
Figure 64 (a,b,c,d ,e). Projection de l'ACP données des proportions des fractions porteuses des ETM dans les sols agricoles.	159
Fig. 1 Location of the sampling sites in the Boumerdes region, Northern Algeria. The point in the view is N 36° 45' 34.56", E 3° 25' 24.96". View from Google Earth, 2017.....	165
Fig. 2. Water extractible organic carbon versus soil organic matter. The regression line concerns the S-SS, S-TW and S-STW points (blue marks).	172
Fig. 3. Nutrients in TWW and in the water extract of SS and of the studied soils (average for the 0-40 cm topsoil).....	174
Fig. 4. Variation with depth of water extracted nutrients (cm).	174
Fig. 5. PCA correlation circle, variables (small red circles) and samples (large circles). Percent on each factorial axis gives the explained variance. WE: water extractible	176

Liste des Tableaux.

Tableau 1. Critères de la qualité de l'eau pour un usage agricole (d'après USDA, 1954).....	7
Tableau 2. Paramètres de la qualité de l'eau d'irrigation (Ayers et Westcot, 1985).....	8
Tableau 3. Exemple de Composition des Eaux usées épurées (Belaïd <i>et al.</i> , 2012).....	9
Tableau 4. Exemples de composition des boues résiduaires urbaines.	16
Tableau 5. Concentrations (mg.kg ⁻¹ de MS) des ETM dans les boues urbaines.	20
Tableau 6. Valeurs limites des CTO dans les boues (ADEME, 1999).....	21
Tableau 7. Teneurs maximales des ETM (mg.kg ⁻¹ de MS) dans les boues destinées à l'épandage agricole.....	22
Tableau 8. Flux maximum en ETM autorisé en (kg/ha/an) dans les pays européens.	25
Tableau 9. La biomasse microbienne dans le sol (Cluzeau <i>et al.</i> , 2005).	27
Tableau 10. Composition élémentaire des acides humiques et des acides fulviques.....	29
Tableau 11. Affinité des ETM pour les constituants du sol (Ross, 1994).....	31
Tableau 12. Concentrations totales (mg.kg ⁻¹) des ETM dans les boues résiduaires (Mulchandani <i>et al.</i> , 2016).	36
Tableau 13. Concentration en Cd dans différents milieux (Bissou <i>et al.</i> , 2011).....	37
Tableau 14. Taux (g/ha/an) de déposition atmosphériques, (Alloway <i>et al.</i> , (2000).	38
Tableau 15. Concentrations en ETM des matières fertilisantes agricoles (mg.kg ⁻¹ de MS), (Nicholson <i>et al.</i> , (2003).....	38
Tableau 16. Concentrations du Nickel dans différents milieux (Bisson <i>et al.</i> , 2006).....	42
Tableau 17. Données moyennes de Températures et pluviométrie (2000-2010).....	58
Tableau 18. Occupation des terres (ha) dans la commune de Corso (2017-2018).....	61
Tableau 19. Evolution de la superficie de la vigne de 2000-2018 à Boumerdes (DSA, 2018).....	62
*SAU : surface Agricole Utile.	62
Tableaux 20. Evolution du nombre de Step en Algérie de 2007 à 2016.	63
Tableau 21. Caractéristiques générales des Step de Boumerdes. (ONA, 2015).....	68
Tableau 22. Caractéristiques techniques de la Step de Boumerdes (ONA, 2015)	68
Tableau 23. Perspectives de réutilisation des eaux usées pour l'irrigation (MRE, 2012).....	70
Tableau 24. Récapitulatif des étapes du protocole d'extraction séquentielle adopté.....	85
Tableau 25. Composition de la Boue et des Eaux Usées Epurées de la Step de Boumerdes.....	89
Tableau 26. Composition granulométrique et texture des sols.....	91
Tableau 27- Densité apparente moyenne (Da) des sols sur la profondeur de 0 à 40cm.....	91
Tableau 28. Valeurs de pH-eau et de la CE de la boue, des EUE et des sols.....	92
Tableau 29. Teneur (%) en Carbone Organique Total (COT) de la boue et des sols.....	94
Tableau 30. Teneur en carbone organique total (COT) des sols en fonction de la profondeur.....	95
Tableau 31. Teneur en carbone des extraits à l'eau des sols, de la boue et des EUE.....	95
Tableau 32. Teneur (%) en azote de la boue et des sols.....	98
Tableau 33- valeurs de C/N au niveau de la boue et des sols étudiés.	98
Tableau 34. Concentrations des cations de l'extrait aqueux des sols étudiés.	99
Tableau 35. Absorbance et indices SUVA ₂₅₄ et E2/E3 des matières organiques dissoutes de la boue, des EUE et des sols pour les profondeurs p1, p2 et p3.	104
Tableau 36. Teneurs en COD (mg.l ⁻¹) et valeurs des indices SUVA 254 et E2/E3 des matières organiques dissoutes dans l'eau (WEOM), de la boue, des TWW et des sols.	105
Tableau 37. Teneurs en cuivre (mg.kg ⁻¹) de la boue des EUE et des sols.....	107
Tableau 38. Distributions de la concentration du Cu en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.....	108
Tableau 39. Proportions du Cu (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.	109
Tableau 40. Teneurs totales du Cu (mg.kg ⁻¹) et proportion (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.	111
Tableau 41. Teneurs en Pb (mg.kg ⁻¹) de la boue, des EUE et des sols.	113
Tableau 42. Proportions PB (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.....	115

Tableau 43. Distributions de la concentration du Pb en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.....	117
Tableau 44. Teneurs en Nickel (mg.kg^{-1}) dans la boue, les EUE et les sols.	119
Tableau 45. Proportions Ni (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.....	120
Tableau 46. Distributions de la concentration du Ni en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.....	121
Tableau 47. Proportions Ni (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.....	122
Tableau 48. Teneurs en chrome (mg.kg^{-1}) de la boue, des EUE et des sols.....	123
Tableau 49. Proportions Cr des fractions (%) en fonction dans la profondeur de 0 à 40cm.....	124
Tableau 50. Distributions de la concentration du Cr en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.....	127
Tableau 51. Proportions Cr (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.....	128
Tableau 52. Teneurs en Zinc (mg.kg^{-1}) de la boue, des EUE et des sols.	129
Tableau 53. Proportions des fractions (%) en fonction de la profondeur de 0 à 40cm.	131
Tableau 54. Distributions de la concentration du Zn en fonction de la profondeur et des fractions porteuses.....	132
Tableau 55. Proportions Zn (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.	134
Tableau 56. Teneurs du Cobalt (mg.kg^{-1}), des boues, des EUE et des sols.....	135
Tableau 57. Distributions de la concentration du Co en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.....	137
Tableau 58. Proportions des fractions (%) en fonction dans la profondeur de 0 à 40cm.....	138
Tableau 59. Proportion Co (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.....	139
Tableau 60. Teneurs en Cd (mg.kg^{-1}) des sols et leur relation à celle du sol Témoin.....	141
Tableau 61. Proportions (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.....	142
Tableau 62. Distributions de la concentration du Cd en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.....	142
Tableau 63. Teneurs totales de l'Ag (mg.kg^{-1}) dans la boue, les EUE et les sols.	143
Tableau 64. Teneurs en Ag (mg.kg^{-1}) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.	144
Tableau 65. Distributions de la concentration du l'Ag en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.....	145
Tableau 66. Teneurs totales du Ti (mg.kg^{-1}) de la boue, des EUE et des sols.	146
Tableau 67. Proportions Ti (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.	147
Tableau 68. Proportions Ti (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.....	148
Tableau 69. Teneurs en métaux dans, la boue, les EUE et les sols sur 0 à 40cm.....	149
Tableau 70. Proportion (%) représentée par la concentration totale des ETM dans les sols comparativement à la norme AFNor 44 041.	150
Tableau 71. Facteurs d'accumulation des ETM exprimé par le rapport de la concentration [ETM] du sol traité et de la concentration [M] du sol témoin S-NA.....	151
Tableau 72. Valeurs des facteurs individuels (FCI) et globaux de contamination (FCG) des ETM dans les sols.	154
Tableau 73. Teneurs (mg.kg^{-1})* et Proportions (%)# de la somme des fractions potentiellement biodisponibles ($\sum Frc. PB$) et de la fraction résiduelle (F-res) des sols.....	155
Tableau 74. Teneurs cumulées des ETM étudiés dans les agricoles.....	157
Tableau 75. Facteurs d'accumulation des ETM comparativement à la teneur du sol S-NA.....	160
Table 1. Agronomic parameters for sludge, TWW and soils. Weighted average values for the 0-40 cm soil layer.....	170
Table 2. Variation with depth of soil main characteristics.....	172

Table 3. Trace element extraction, average in the 0-40 horizons, values in mg kg ⁻¹ . W-ex.: water-extractable; Na-ac-ex.: sodium acetate extractable.	175
Annexe 1. Limites en ETM dans les eaux usées destinées à l'irrigation (mg.L ⁻¹) (FAO, 2003).....	197
Annexe 2. Germes pathogènes isolés des boues brutes et traitées de station d'épuration utilisant différents méthodes de traitement (Sahlström et <i>al.</i> , 2004).	197
Annexe 3. Limites maximales des ETM (mg.kg ⁻¹ de MS) dans les boues résiduaires destinées à la valorisation agricoles pour différents pays européens et des USA.	197
Annexe 4. Rendements d'épuration des Step urbaines (ONA , 2016).	198
Annexe 5. Protocole d'extraction séquentiel adopté par le BCR.	198
Annexe 6. Préparation des solutions d'extraction Protocole d'Extraction Séquentielle.	198
Annexe 7. Valeurs de la densité apparente Da (g.cm ⁻¹) dans les sols étudiés.	199
Annexe 8. Tableau évaluation de la CEC.....	200
Annexe 9. Teneurs (mg/kg) en carbone des MOD dans les sols, la boue et les EUE.	200
Annexe 10. Teneur en azote total en fonction de la profondeur.	200
Annexe 11. Teneur en Ti (mg.kg ⁻¹) et distribution en fonction de la profondeur et des fractions.	201
Annexe 12. Concentration des 9 ETM et sd (mg.kg ⁻¹) des fractions dans les sols et la boue.	202
Annexe 13. Concentration des cations et anions des extraits à l'eau (LS10) au sein des sols, de la boue et des EUE.....	204
Annexe 14. Fig. Absorbances des matières organiques dissoutes des sols étudiés en fonction de la profondeur échantillonnée.....	205
Annexe 15. Teneurs en ETM en fonction des fractions porteuses et de la profondeur dans les sols étudiés et la boue de la Step de Boumerdes.	206
Annexe 16. Recommandations microbiologiques révisées de l'OMS (1989) pour la réutilisation en agriculture des eaux usées.....	207

Liste des Abréviations

AFNOR : Agence française de normalisation.
ATSDR : Agency for Toxic Substances and Disease Registry.
BCR : Bureau de Référence Communautaire.
BMD : Boumerdes.
BNEDER : Bureau National d'Etudes de Développement Rural
BRU : boues résiduaires urbaines.
CA : chambre d'agriculture.
CE : conductivité électrique
CEC : capacité d'échange cationique.
CET : centres d'enfouissement techniques.
CI : carbone inorganique.
CO : Carbone organique.
COD : carbone organique dissous dans l'eau.
CT : carbone total.
CTO : Composés Traces Organiques
Da : densité apparente.
DSA : direction des services agricoles.
DPAT : direction de production et d'appui technique.
E2/E3 : rapport de l'absorbance à 250nm et de l'absorbance à 365nm.
EAC: exploitation agricole collective.
EAI: exploitation agricole individuelle.
EC_{1:10}: electric conductivity of 1:10 soil-to-water ratio.
EC_{SP}: electric conductivity of saturated past.
EDTA : acide éthylène-diamine-tétraacétique.
Eh : potentiel d'oxydoréduction.
Eq/hab : Equivalent par Habitant.
ESP : pourcentage de Sodium échangeable
ETM : éléments traces métalliques
EUE : eaux usées épurées.
F-ac : fraction échangeable et acido-soluble.
FCG : facteur de contamination global.
FCI : facteur de contamination individuel.
F-oxi : fraction oxydable,
F-red : fraction réductible,
F-res : fraction résiduelle,
F-wat : fraction hydrosoluble, extraite à l'eau.
HAP : hydrocarbures aromatiques polycycliques

ICP-AES : Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy
Ld : limite de détection.
MER : Ministère des Ressources en Eaux.
MES : matières en suspension.
MOD : matières organiques dissoutes.
MOP : matières organiques particulaires.
MOS : matières organiques du sol.
MOV : matières organiques vivantes.
MS : matières sèches.
OMS : organisation mondiale de la santé.
ONA : office national d'assainissement.
PCB : polychlorobiphényles.
PES : protocole d'extraction séquentiel.
pH : potentiel hydrogène
PNDA : plan national de développement agricole
PROTEE : PROcessus de Transfert et d'Echanges dans l'Environnement.
RGA : recensement générale de l'agriculture.
RS : résidu sec.
RSC : Carbonate Sodium Résiduel.
SAR adj : SAR ajusté
SAR : Sodium Adsorption Ratio
SAT : superficie agricole totale.
SAU : superficie agricole utile.
SET : sites d'expression de la toxicité
S-NA : sol témoin non amendé.
SOC : soil organic carbon.
SOM : soil organic matter.
SS : sewage sludge.
SSP : Pourcentage Sodium Soluble
S-SS : sol amendé avec la boue résiduaire
S-STW : sol simultanément amendé avec la boue et irrigué avec les EUE.
Step : station d'épuration.
S-TW : sol irrigué avec les EUE d
SUVA₂₅₄ : indice spécifique d'absorbance UV à 254nm.
S-WR : sol irrigué durant la période estivale avec les eaux de rivière.
TOC : carbone organique total.
TWW : treated wastewater (EUE).
USEPA :United States Environmental Protection Agency.
WEOM : water extractable organic matter

Introduction Générale

Le secteur de traitement des eaux usées urbaines en Algérie est en plein essor, 150 stations d'épuration (Step) d'une capacité globale installée de 9 064 753 Eq/hab sont déjà en place et seront renforcés par 40 autres prévues dans la région des hauts plateaux et le Sahara (ONA, 2016). L'investissement dans le secteur de l'épuration des eaux usées s'impose comme moyen de limiter les rejets directs dans le milieu naturel (zones côtières et oueds). Cependant, une meilleure couverture du réseau d'assainissement et des Step, a pour conséquence directe une élévation de la quantité produite des eaux usées épurées et des boues résiduaire.

En termes de ressources en eau l'Algérie dispose d'un volume supplémentaire d'eau usée épurée de 560 000 mètres cubes (MRE, 2012). La quantité annuelle de boues produite estimée à 250 000 tonnes atteindrait à l'horizon 2020, 450 000 tonnes. Les récentes estimations de l'ONA, montrent que seul 25% des boues produites sont épandues sur les terres agricoles (Ladjal et Abbou, 2016). Cette proportion est faible comparativement à d'autres pays tels que la France 60%, la Wallonie 90%, le Luxembourg 70%, et Danemark 67% (Cabaret et *al.*, 2002).

Les boues et des eaux issues des Step urbaines constituent une source d'éléments durable et gratuite à même d'entretenir le stock en humus et en éléments nutritifs des sols agricoles. Les apports aux sols contribuent à l'amélioration des propriétés physiques, chimiques et biologiques : porosité, capacité de rétention, pH et teneur en matière organique (Mtshali et *al.*, 2014; Delibacak et *al.* 2009; Antoniadis, 2008, Gupta et *al.*, 2000), et constituent aussi une source d'éléments essentiels aux cultures : le phosphore, le potassium, le magnésium et les oligo-éléments (Zaman et *al.*, 2002).

Dans les pays Méditerranéens connus par l'aridité du climat et la pénurie marquée d'eau douce, la réutilisation agricole des eaux usées apparaît comme une alternative de substitution crédible (Pereira et *al.*, 2002) et anticipant sur les conséquences des déversements directs : la pollution des eaux superficielles (Rehman, et *al.*, 2013). De même, les sols présentent une baisse continue de la fertilité et disposent de teneurs en matières organiques faibles, voisines de 2%, signe d'une prédisposition forte à la dégradation et l'érosion hydrique (Lahmar et Ruellan, 2007 ; Kribaa et *al.*, 2001 ; Balesdent, 1996 ; Halitim, 1988).

L'option de valorisation agricole des boues et des eaux usées épurées (EUE), a pour but d'améliorer les paramètres agronomiques des sols et peut également prévenir l'eutrophisation, la pollution des barrages, des lacs, des rivières et des zones côtières. Des études antérieures ont mis en évidence la présence de germes pathogènes, de composés chimiques toxiques, de forte accumulation de métaux traces organiques et métalliques et des risques de pollution des sols et des aquifères (Rehman, et *al.*, 2013; Elifantz, et *al.*, 2011; Shuman et *al.*, 2001; Dudley et *al.*,

1986). De ce fait, tout projet de valorisation agricole nécessite préalablement la connaissance de la composition des boues, des EUE et des sols. La concentration totale d'un ETM est répartie sur divers sites chimiques représentées par les formes échangeables et non échangeables. L'extraction séquentielle met en évidence les teneurs de métaux et donne des informations relatives à leurs biodisponibilités et aux risques de transfert dans différents compartiment de l'environnement (Gleyzes *et al.*, 2002); Wang *et al.*, 1997 ; Chang *et al.*, 1984); Sposito *et al.*, 1982).

A Boumerdes, durant une dizaine d'années (de 2002 à 2012) des agriculteurs réutilisaient des eaux usées épurées (EUE) et des boues résiduaires urbaines (BRU) sur leurs parcelles agricoles. Cette voie de valorisation a été adoptée suite aux encouragements des pouvoirs publics qui, dans le cadre du plan national de développement agricole (PNDA), ont assuré le transfert des eaux et des boues à partir de la Step de Boumerdes vers les exploitations agricoles.

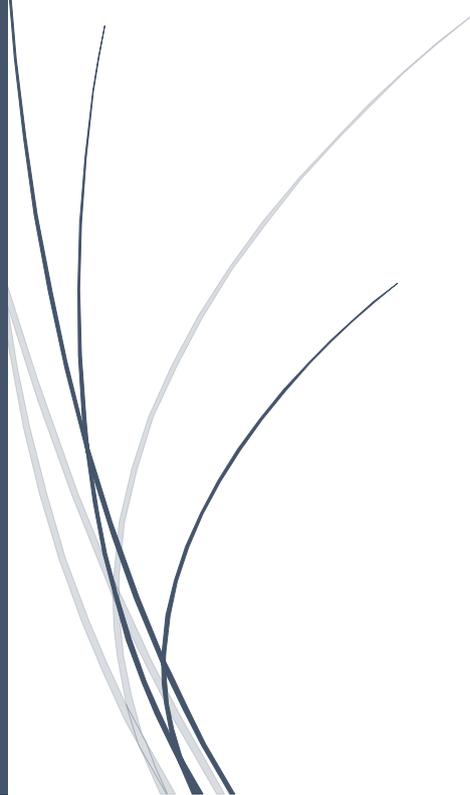
Cette étude se donne pour objectifs d'évaluer les effets de l'irrigation avec les EUE et de l'épandage de BRU issues de la Step urbaine de la ville de Boumerdes sur les sols agricoles. Le site étudié se compose de 05 parcelles plantées de vigne de la même variété (Dattier de Beyrouth) bénéficiant d'une conduite culturale semblable et différenciées par les modalités liées à l'application des EUE et de la BRU. Notre travail intègre à la fois les caractéristiques agronomiques des sols, des EUE et des BRU, les propriétés optiques (absorbance UV-visibles) des matières organiques dissoutes et des teneurs en ETM et leurs spéciations.

A l'issue de cette introduction, Ce document est structuré en quatre chapitres. **Le chapitre I**, comporte une synthèse bibliographique, développée sur l'épuration des eaux usées, la caractérisation des boues et des eaux usées épurées, les effets sur les propriétés des sols, des matières organiques et éléments traces métalliques. Ce premier chapitre comprend aussi une description des effets des apports de la boue et des eaux usées sur les propriétés du sol et des références à des travaux de recherche antérieurs justifiant les paramètres pris en compte dans notre démarche. **Le chapitre II** comprend une présentation du site d'étude, de l'activité agricole qui s'y développe et du secteur de l'épuration des eaux usées. Dans le chapitre III, nous présentons le matériel et les méthodes mises en œuvre pour la détermination des paramètres analytiques choisis. **Le chapitre IV** présente les résultats obtenus et la discussion des différences induites dans les sols par l'application de la boue et des EUE, sur la base d'une évaluation quantitative de paramètres physiques et chimiques. Enfin, une conclusion générale donne les impacts de la voie de valorisation agricole à long terme sur les sols du point de vue agronomique et environnemental et présente les perspectives de recherche envisagées.



CHAPITRE I

Synthèse Bibliographique



I.1. Boues et Eaux Usées urbaines

I.1.1. Introduction

Les eaux usées brutes, produites par une agglomération, sont généralement collectées par un réseau unitaire de canalisations recueillant aussi d'autres déversements d'eau issue des zones pavées, des routes et des toitures. L'épuration des eaux usées urbaines ou industrielles est une nécessité incontournable exprimant le niveau de la stratégie des politiques de gestion des ressources naturelles et du respect des modalités de développement durable du pays. En Algérie, le secteur de l'assainissement et de traitement des eaux usées atteint près de 200 stations. Les eaux usées représentent un volume de près de 2 milliards de m³, un tel volume une fois épuré, participera à l'augmentation de nos potentialités hydriques. L'objectif du Ministère des Ressources en Eau (MRE) pour l'année 2018, de réduire à zéro les rejets directs d'eaux usées brutes dans le milieu naturel (la mer et les oueds), dans un contexte d'une meilleure couverture des besoins, d'un développement du réseau d'assainissement et d'une forte population urbaine, engendrera sans doute une élévation des quantités d'eaux usées à traiter, ainsi que des quantités de boues résiduaires à gérer (MRE, 2012).

La réutilisation des eaux usées est considérée comme une composante essentielle dans la politique de gestion des ressources hydriques, en raison de la rareté, de plus en plus croissante, des ressources en eaux conventionnelles et la concurrence entre secteurs économiques du point de vue de la demande en eau (Choukr-Allah et Aghai, 1991). Les eaux issues des stations d'épuration sont actuellement considérées comme une fraction des potentialités hydriques. Cependant, pour leur attribuer un rôle dans les diverses activités économiques, des investissements doivent être consentis selon la voie de valorisation ciblée.

I.1.2. Fonctionnement d'une station d'épuration

L'épuration consiste à réduire la charge en matières organiques et minérales des effluents des eaux brutes par le biais de processus physiques, chimiques et biologiques. La figure 1, présente les principales étapes contenues dans un schéma de traitement des eaux usées et qui comporte le prétraitement, la décantation, le traitement secondaire et la clarification.

Lors des phases de traitement, il se produit un transfert de pollution de la phase liquide (eau usée brute) vers une phase plus concentrée (boue) et une phase gazeuse (CO₂, N₂, ... etc). La production de boues résiduaires est donc totalement dépendante de la filière de traitement de l'eau (Bougrier, 2005). Les boues des stations d'épuration urbaines (BRU) sont un résidu inévitable de l'épuration des eaux usées. La composition physicochimique et biologique des

eaux usées brutes, reflète globalement la nature des utilisations de l'eau, des résidus incorporés et des milieux traversés par les eaux (atmosphère, sols, chaussées). Le type de processus d'épuration adopté (biologique et/ou chimique) et son intensité (primaire, secondaire, tertiaire) sont également un outil déterminant de la nature et de la concentration des éléments contenus dans la boue et l'eau usée épurée (EUE).

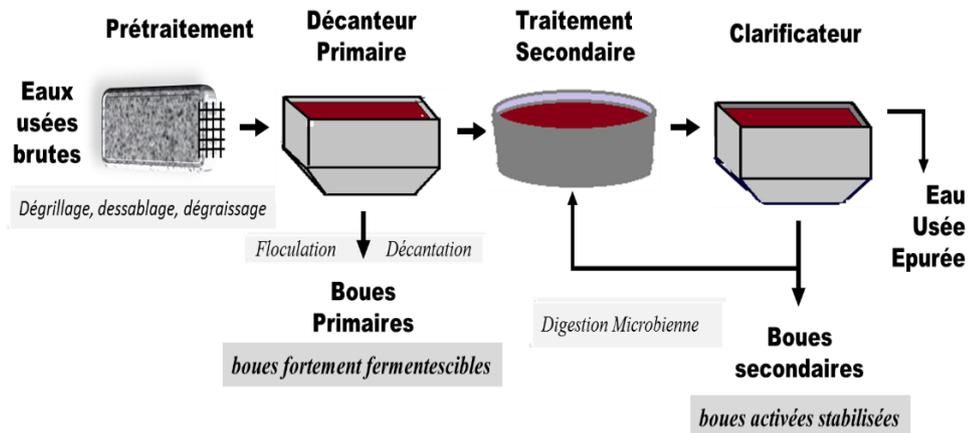


Figure 1. Schéma d'une filière de traitement des eaux usées (Degrémont, 1989).

I.1.2.1 Prétraitements physiques.

Le prétraitement est l'étape avant le traitement proprement dit, il comporte uniquement des opérations de nature physiques ou mécaniques. Ces opérations visent à retirer les éléments encombrants entraînés par les eaux, les déchets grossiers (bouteilles en plastiques, bout de bois) par dégrillage, des sables et graviers (dessablage) et des graisses (dégraissage-déshuilage) (Degrémont, 1989). Les déchets constituant un obstacle aux processus par leur nature ou leur volume sont récupérés et traités séparément.

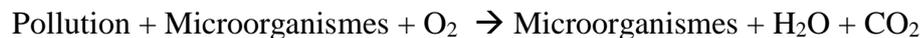
I.1.2.2. Traitements primaires

Le traitement "primaires" fait appel à des procédés physiques, avec filtration et décantation plus ou moins aboutie, éventuellement accouplée à des procédés physicochimiques. Cette étape consiste à éliminer les particules colloïdales en suspension dans l'eau brute (qui n'ont pas tendance à s'agglutiner les unes aux autres) et adopte les procédés de coagulation et de floculation suivi de décantation et de filtration. Le traitement primaire s'effectue dans un décanteur canal ou lamellaire et permet de retenir environ 50 à 70 % des matières en suspension contenues dans les eaux usées brutes (Bougrier, 2005).

I.1.2.3. Traitements secondaires

Cette étape consistant à dépolluer l'eau usée des matières carbonées et azotées, est réalisée par un processus biologique. Les micro-organismes bactériens actifs (en aérobie ou en anaérobie) vivent et se multiplient, grâce à la pollution sous sa forme biodégradable qui leurs procure l'énergie nécessaire.

Les traitements aérobies sont beaucoup plus courants que les traitements anaérobies dans le domaine de l'eau. Une grande majorité de stations d'épuration des eaux usées (municipales ou industrielles) reposent en effet sur un réacteur 'biologique' dit à boues activées. Ce procédé est actuellement le plus utilisé dans l'épuration des eaux usées des stations de l'office national d'assainissement (ONA) algérienne (ONA, 2015). Le procédé par boues activées fut mis au point à Manchester en 1914 par Arden et Lockett (Guettier et *al.*, 1994), il reproduit industriellement l'effet auto-réparateur des rivières, selon l'équation simplifiée :



Dans la pratique, il s'agit d'un bassin aéré alimenté en continu, dans lequel les bactéries sous forme libre réalisent un abattement de la pollution (figure 2). Le contenu du bassin est alors acheminé en continu vers un décanteur (ou clarificateur) dans lequel les eaux traitées et les boues vont être séparées. Le bassin aéré discontinu permet quant à lui une alternance de cycles de nitrification-dénitrification pour éliminer la pollution azotée conjointement à la pollution carbonée.

Après décantation la biomasse bactérienne est séparée de la phase liquide par décantation et les boues obtenues sont appelée boues secondaires ou boues activées. Une partie de ces boues est renvoyée vers le bassin d'aération, afin de stabiliser le traitement et perpétuer la population bactérienne et le procédé d'épuration.

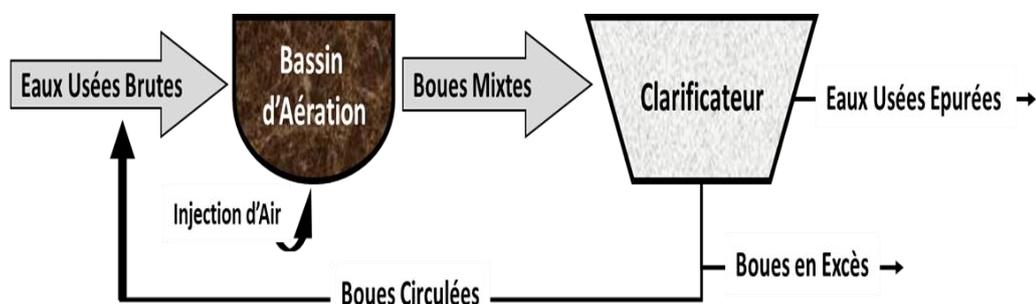


Figure 2. Schéma du procédé d'épuration des eaux usées à boues activées (Degrémont, 1989).

I.1.2.4. Traitements tertiaires

Les traitements tertiaires regroupent tous les traitements complémentaires visant à affiner la qualité de l'eau. L'opportunité de leur mise en place est fonction de la nature du milieu récepteur ou du secteur utilisateur des eaux produites : pisciculture, usage domestique, eaux de baignade, zones naturelles (lacs, retenues collinaires) sujettes aux phénomènes d'eutrophisation. Ces traitements concernent, par exemple, l'élimination de l'azote, du phosphore et la désinfection, mais aussi le traitement des odeurs.

L'élimination de l'azote est, le plus souvent, obtenue grâce à des traitements biologiques, de "nitrification-dénitrification" ou par les procédés physiques et physico-chimiques comme électrodialyse et résines échangeuses d'ions. La déphosphatation peut être réalisée par des voies physico-chimiques ou biologiques. Les procédés physico-chimiques, consistent à une addition de réactifs, comme des sels de fer ou d'aluminium et permettent d'obtenir une précipitation des phosphates et leurs éliminations par décantation. La voie biologique consiste à provoquer l'accumulation du phosphore dans les cultures bactériennes des boues, ce procédé est souvent couplé à une déphosphatation physico-chimique, pour atteindre les seuils de rejets requis.

I.1.3. Eaux usées épurées EUE

Tenant compte de leurs origines, les eaux usées épurées peuvent être réparties en deux catégories :

- les eaux usées urbaines constituées essentiellement des rejets domestiques et quelque fois des petites industries et du ruissellement superficiel acheminé dans un réseau unitaire à la station d'épuration. Deux « types » d'eaux usées domestiques arrivent dans le réseau d'assainissement : les eaux vannes, qui correspondent aux eaux de toilettes ; les eaux grises correspondant aux autres usages (lave-linge, lave-vaisselle, douche/bain)
- les eaux usées industrielles rejetées par les unités industrielles et dont les propriétés dépendent de la nature de l'activité et du niveau d'épuration.

Après traitement, les eaux obtenues peuvent contenir de nombreuses substances, sous forme solide ou dissoute, ainsi que de nombreux micro-organismes. En fonction de leurs caractéristiques, ces substances sont classées en quatre groupes : les micro-organismes, les matières en suspension, les éléments traces organiques et inorganiques, et les substances nutritives. Ces caractéristiques sont la cause principale des restrictions à la réutilisation des EUE dans plusieurs domaines (Libutti, et *al.*, 2018 ; Gatta et *al.*, 2015; Qadir, 2007).

I.1.3.1. Composition chimique et biologique

Les paramètres indicateurs de la qualité des eaux pour l’irrigation incluent dans leurs choix les propriétés des eaux en relation avec le rendement et la qualité des récoltes, le maintien de la productivité des sols et la protection de l’environnement. Ces paramètres adoptés pour classer les EUE, traduisent certaines propriétés physiques et chimiques utilisées dans l’évaluation de la qualité de l’eau pour un usage agricole.

Il existe de nombreux guides de classification de la qualité de l’eau pour l’irrigation et qui sont développés pour différentes conditions d’utilisations. A titre d’exemple la classification américaine (US Salinity Laboratory) qui est la classification communément utilisée, évalue la qualité de l’eau pour l’irrigation sur la base de paramètres tels que : la conductivité électrique (EC), pH, Taux d’Adsorption de Sodium (SAR), SAR ajusté (SAR adj) et le Pourcentage de Sodium Exchangeable (ESP), Pourcentage Sodium Soluble (SSP) et Carbonate Sodium Résiduelle (RSC). Les critères d’évaluation de la qualité des eaux usées en agriculture sont présentés au tableau 1 (USDA, 1954) et au tableau 2 (Ayers et Westcot, 1985).

Tableau 1. Critères de la qualité de l’eau pour un usage agricole (d’après USDA, 1954).

Classification des Eaux d'Irrigation				
Paramètre				
EC (dS/m)	Excellent	bon	Passable	moyen
TDS (mg/litre)	< 0,25	0,25 - 0,75	0,75 - 225	225 - 50
	< 200	200 - 500	500 - 1500	1500 - 3000
Infiltration des Sols (évaluée à l'aide du SAR et de la CE)				
EC (dS/ m)	SAR	Degré de restriction	Remarques	
< 0,25	< 10	Faible	Satisfaisant à toutes les cultures	
0,25 - 0,75	10 à 18	Moyen	Satisfaisant quelques cultures seulement sont affectées	
0,75 - 2,25	18 à 26	Elevée	Satisfaisant pour plusieurs cultures. La salinité nécessite la mise en place d'un lessivage et d'un drainage des sols.	
2,25 à 5,0	> 26	Très élevé	Adéquates pour beaucoup de cultures tolérantes à la salinité, le lessivage et le drainage des sols est impératif.	
Ions spécifique toxique				
	Degré de restriction à l'utilisation			
	faible	moyen	haut	Très haut
Na (mg/litre)	-	-	-	-
Na+ (SAR)	< 10	10 à 18	18 à 26	> 26
Na+ (SSP)	< 20	20 à 40	40 à 80	> 80
Cl (méq/litre)	tolérante	Plante sensible	plante modérément tolérante	Tolérante
	< 2	2 à 4	4 à 10	> 10
Effets liés au mycélium				
pH	-	-	Intervalle Normal = 6,5-8,4	
RSC (méq/litre)	< 1,25	1,25 - 2,5	> 2,5	
HCO ₃ (méq/litre)	-	-	-	

I.1.3.1.1. Sels solubles

La salinité d'une eau d’irrigation exprime la concentration totale en sels dissout. La conductivité électrique (CE) et le résidu sec sont les paramètres mesurés pour faire état de cette concentration

dans l'eau d'irrigation. Le résidu sec (RS) de l'eau, peut être aussi estimé à partir de la conductivité électrique, en utilisant des relations mathématique empirique suivantes :

- RS (g/l) = 0,64 x CE (dS/m) lorsque la CE < 5 dS/m.
- RS (g/l) = 0,80 x CE (dS/m) lorsque la CE > 5 dS/m.

La caractérisation des eaux usées destinées à l'irrigation peut s'appuyer aussi sur le SAR, un paramètre qui exprime l'activité relative des ions de sodium dans les réactions d'échange dans les sols. Cet indice mesure la concentration relative du sodium par rapport au calcium et au magnésium échangeables. Le SAR et la CE de l'eau destinée à l'irrigation, sont utilisés en combinaison afin d'évaluer le risque potentiel de salinisation du sol (tableau 2).

Tableau 2. Paramètres de la qualité de l'eau d'irrigation (Ayers et Westcot, 1985)

Problèmes potentiels en irrigation	unité	Degré de restriction		
		aucun	léger à modéré	sévère
<u>Salinité</u>				
CE	dS/m	< 0,7	0,7 - 3,0	> 0,3
TDS	mg/litre	< 450	450 - 2000	> 2000
<u>Infiltration</u>				
SAR = 0-3 et CE =	dS/m	> 0,7	0,7 - 0,2	< 0,2
= 3-6 et CE =		> 1,2	1,2 - 0,3	< 0,3
= 6-12 et CE =		> 1,9	1,9 - 0,5	< 0,5
= 12-20 et CE =		> 2,9	2,9 - 1,3	< 1,3
= 20-40 et CE =		> 5,0	5,0 - 2,9	< 2,9
<u>Toxicité Spécifique des ions</u>				
Sodium (Na)				
Irrigation de surface	SAR	< 3	3 à 9	> 9
Irrigation par aspersion	méq/litre	< 3	> 3	
Chlorures (Cl)				
Irrigation de surface	méq/litre	< 4	4 à 10	> 10
Irrigation par aspersion	méq/litre	< 3	> 3	
Bore (B)	méq/litre	< 0,7	0,7 - 3,0	> 3
azote (NO ₃ ⁻)	méq/litre	< 5	5 à 30	> 30
Bicarbonates (H-CO ₃)	méq/litre	< 1,5	1,5 - 8,5	> 8,5
pH	/	Gamme normale 6,5 à 8,4		

Les ions Na⁺ apportés, à forte concentration et sous forme échangeable remplacent le calcium et le magnésium adsorbés sur le complexe argilo-humique et causent ainsi la dispersion de ses particules argileuses et affectent la structure, la porosité, et l'infiltration des sols. Ces effets sont jugés à travers la concentration totale en sels solubles et par le ratio de sodium absorbable (SAR). Lors de la réutilisation pour l'irrigation agricole, la qualité EUE est déterminée essentiellement par la salinité et surtout par le contenu en ion sodium (Toze, 2006). Une eau est considérée "de bonne qualité" lorsqu'elle n'entraîne ni la salinisation du sol irrigué (CE du sol > 4 mS/cm), ni sa désagrégation (taux de sodium échangeable ESP du sol > 15%) et SAR < 10.

L'augmentation de la salinité du sol affecte plusieurs paramètres végétatifs (rendement, surface foliaire, ...) des cultures, en effet Katerji et al., (2003) observent une réduction du rendement comprise entre 20 et 70% pour une élévation de la CE du sol de l'ordre de 5dS/m.

I.1.3.1.2. Eléments nutritifs

L'application des EUE sur les sols agricoles, constitue une alternative attrayante aux rejets dans les milieux récepteurs naturels qui peuvent présenter des capacités d'absorption limitées (Papaiacovou, 2001). Comme le montre le tableau 3, plusieurs éléments nutritifs sont véhiculés par ces eaux tels que l'azote, le phosphore et parfois le potassium, le zinc, le bore et le soufre. Les éléments sont à des proportions très variables. Faby et Brissaud (1997) estiment qu'une lame de 100mm d'EUE peut apporter : 16 à 62 kg d'azote, 2 à 69 kg de potassium, 4 à 24 kg de phosphore, 18 à 208 kg de calcium, 9 à 100 kg de magnésium et 27 à 182 kg de sodium. Cependant, l'irrigation avec les EUE et sans amendements a provoqué un épuisement de la réserve en éléments fertilisants, particulièrement une forte lixiviation d'azote nitrique responsable de la pollution des nappes souterraines (Choukr-Allah et Aghai, 1991).

Tableau 3. Exemple de Composition des Eaux usées épurées (Belaïd et al., 2012)

Paramètre	Unité	Sousse Tunisie	Sardaigne Italie	Ramtha Jordanie
pH	-	7,8	7,73	7,3
CE	ms.cm ⁻¹	3,5	1,14	-
TDS	g.l ⁻¹	-	-	0,95
COD	mg.l ⁻¹	88	34	-
Pt	mg.l ⁻¹	-	1,64	15,5
NO ₃ ⁻	mg.l ⁻¹	-	1,63	29
Cl ⁻	mg.l ⁻¹	688	134	-
SO ₂ ⁻	mg.l ⁻¹	-	121	-
Na ⁺	mg.l ⁻¹	112	103	-
K ⁺	mg.l ⁻¹	333	18	33,3
Mg ²⁺	mg.l ⁻¹	166	20	-
Ca ²⁺	mg.l ⁻¹	258	53	-
NH ₄ ⁺	mg.l ⁻¹	-	33	-
SAR	-	7,7	3	4,6

Sur le plan économique, la réutilisation des EUE permet aux agriculteurs de réaliser une économie sur le coût de l'eau et sur le coût des engrais minéraux, mais également cette option présente un intérêt écologique dans la limitation de l'eutrophisation dans les zones de rejets protégées : barrages, lacs et étangs. Dans l'objectif de satisfaction de la demande alimentaire, les EUE constituent non seulement une ressource hydrique alternative, mais aussi une opportunité de recyclage de nutriments au profit des cultures (Gatta et al., 2015; Qadir et al., 2007).

I.1.3.1.3. Eléments Traces Métalliques

En fonction de l'origine et des milieux qu'elles traversent, les eaux usées sont enrichies par l'activité humaine, les réactifs utilisés dans les procédés industriels (traitement de surface, intermédiaire réactionnel, etc), l'agriculture (produits phytosanitaires, engrais) et le trafic automobile par émission de fines particules métalliques dans l'atmosphère. Les ETM que l'on trouve dans les eaux usées urbaines sont extrêmement nombreux, mais souvent à des teneurs faibles, de l'ordre du $\mu\text{g.L}^{-1}$. Ces eaux contiennent des éléments toxiques potentiels et des métaux lourds (Cuivre, Cadmium, Plomb, Nickel, Mercure) (Rehman, et *al.*, 2013), qui peuvent être à des niveaux phytotoxiques ou engendrer des menaces sanitaires (Murtaza, et *al.*, 2010 ; Pereira et *al.*, 2002). Ainsi, la FAO a émis, en 2003, des normes relatives à la concentration des métaux dans les eaux usées destinées à l'irrigation des cultures (*Annexe I*).

Les concentrations en métaux qui se retrouvent dans les EUE ne constituent pas souvent un facteur limitant à leur réutilisation en irrigation des cultures (Lado, et *al.*, 2012 ; Toze, 2006), car une part importante des ETM est retenue dans les boues après épuration des eaux brutes (Faby et Brissaud, 1997). Cependant, les métaux véhiculés : Cadmium, Cuivre, Molybdène, Nickel et Zinc, peuvent constituer à long terme un risque de toxicité significatif pour les cultures irriguées par suite d'accumulation dans le sol (FAO, 2003). Assadian et *al.* (1998) ont constaté qu'après 40 années d'irrigation avec les eaux usées brutes mélangées avec les eaux de rivières les sols ont accumulé des teneurs dépassant les 50 mg/kg pour le Zinc et avoisinant 35 mg/Kg pour le Cr, Ni, Pb, Co et Cd.

Par ailleurs, certains éléments traces ont un caractère de micronutriments (oligo-éléments), comme le manganèse, le fer, le cuivre, le molybdène ou encore le zinc, ils ont un intérêt certain pour les cultures. Cependant, l'utilisation des eaux usées apporte aussi des éléments nuisibles à la plante tels que le plomb, le mercure, le cadmium, le brome, le fluor, l'aluminium, le nickel, le chrome, le sélénium et l'étain. La biodisponibilité de ces éléments dans le sol peut engendrer leur accumulation dans les tissus et atteindre des seuils de phytotoxicité (Faby et Brissaud, 1997).

I.1.3.1.4. Composés toxiques organiques

Les eaux usées contiennent des composés chimiques très persistants semblables à ceux détectés sur les eaux superficielles mais à des concentrations différentes. Parmi ces composés, on peut citer les hydrocarbures polycycliques aromatiques, les alkyl-phénols, chlorophénols, phtalates, les pesticides et les résidus pharmaceutiques actifs. Le risque posé par les effets à long terme de ces produits, n'est pas entièrement élucidé. L'existence de ce risque potentiel ne conduit pas

à une interdiction de l'utilisation d'EUE pour l'irrigation car il faudrait alors également interdire l'utilisation d'eaux superficielles et de certains produits phytosanitaires selon le même principe. La faible solubilité de ces éléments traces conduit après les traitements des eaux usées et la décantation à leur piégeage dans les boues résiduaire (FAO, 2003). La contrainte liée aux CTO est en fait beaucoup plus préoccupant pour le recyclage des boues, dans lesquelles se retrouvent la majorité des micropolluants drainés par les eaux usées brutes (Toze, 2006).

I.1.3.1.5. Microorganismes pathogènes

La plus grande part des microorganismes pathogènes contenus dans les eaux usées, proviennent dans leur immense majorité des matières fécales dont on distingue alors la flore entérique, les micro-organismes pathogènes et les virus intentionnellement introduits après une vaccination ou par des individus infectés. Les voies d'infection sont l'ingestion directe, l'inhalation ou le contact cutané. Les eaux usées contiennent en moyenne 107 à 108 bactéries par litre (Faby et Brissaud, 1997).

Les bactéries entériques sont adaptées aux conditions de vie dans l'intestin, une grande quantité de matières carbonées, de nutriments et une température relativement élevée (37°C) ; leur survie dans le sol où les conditions sont totalement différentes, est très faible. En revanche, certains protozoaires adoptent une forme de kyste, résistante aux procédés d'épuration. On peut citer parmi ceux-ci *Entamoeba histolytica*, responsable de la dysenterie amibienne, les œufs d'helminthes qui peuvent notamment survivre plusieurs semaines voire plusieurs mois sur les sols ou les plantes cultivées (Elissalde, 1994 ; Couturier et Galtier, 1999). La réutilisation des eaux de drainage et des eaux usées brutes présente des risques sanitaires plus graves. Il y a une corrélation forte chez les populations entre les infections de Giardiase (causée par *Giardia duodenalis*) et cysticercosis (*Taenia solium*) et l'irrigation des cultures avec les eaux usées brutes (Pay et al., 2010 ; Ensink et al., 2008).

L'analyse des risques pathogènes des eaux usées est présentée dans les recommandations de l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS, 1989) et préconise l'arrêt de l'irrigation deux semaines avant la récolte et aucun fruit ne doit être récolté au sol (*Annexe 16*). Bien qu'elles soient différentes de l'eau conventionnelle du point de vue microbiologique, des études (Libutti, et al., 2018 ; Gatta, et al., 2015) montrent que, le rendement des cultures irriguées ainsi que les paramètres qualitatifs (microbiologiques) les plus importants ne sont pas altérés. D'autre part, le mode d'irrigation induit un risque biologique durant l'entretien du réseau. L'aspersion produit des aérosols avec un pouvoir de pollution immédiat ou sur de longues distances. En revanche, l'irrigation gravitaire (submersion) expose les agriculteurs à des risques sanitaires, lors du travail sans mesures de protections.

I.1.3.2. Intérêts agronomiques

La réutilisation en agriculture des eaux usées, diluées, épurées en parties ou brutes a atteint dans le monde près de 2 millions d'hectares (Qadir et *al.*, 2007). La rareté croissante des ressources hydriques dans plusieurs pays et la dégradation de leur qualité (par salinisation) font que la réutilisation des EUE en agriculture soit d'un intérêt certain. Le choix du domaine de réutilisation dépend essentiellement, de la qualité de l'effluent, des types de cultures, du système d'irrigation et des conditions édaphiques du sol (Pereira et *al.* 2002). Plusieurs effets bénéfiques sont à signaler : la protection des milieux naturels, la préservation et l'amélioration des conditions sanitaires des populations, l'exploitation d'une ressource en eau additionnelle et permanente, la valorisation des éléments nutritifs et la réduction des dépenses liées aux apports d'engrais chimiques. Le rappel des eaux usées constitue également une option de choix lorsque les ressources en eaux souterraines sont surexploitées ou fortement salées, afin d'atténuer les effets d'une salinisation secondaire des sols.

L'étude des sols après l'irrigation révèle un enrichissement en matière organique et en phosphore assimilable (Hartani, 2004). Les EUE présentent une valeur fertilisante appréciable, des apports d'éléments fertilisants d'une dose de 1000 mm sont de 219 kg N/ha; 125 kg P/ha et 289 kg K/ha, ce qui permet d'économiser sur les coûts de production liés aux engrais (Berdai et *al.*, 2004). Bien que les ETM soient signalés dans les eaux usées, leurs concentrations sont souvent inférieures aux teneurs maximales proposées pour l'irrigation par la FAO (2003), leurs apports comme microéléments sont d'un aspect bénéfique pour les cultures.

Berdai et *al.*, (2004), concluent que les cultures irriguées avec les EUE : la luzerne, le maïs, la courgette, la fève, le concombre, les pois, la tomate et les navets, ont montré une amélioration nette des rendements. Les facteurs avantageux sont : une salinité moins élevée et un risque de toxicité au sodium et au chlore plus faible ; la disponibilité d'éléments fertilisants majeurs. Ainsi, le taux de couverture des besoins des cultures par ces eaux varie entre 40 et 95 % pour l'azote, entre 33 et 100 % pour le phosphore et dépassent 100 % pour le potassium.

I.1.3.3. Réutilisation des eaux usées dans le monde

Depuis des années de nombreux pays méditerranéens se sont engagés dans l'option de réutilisation des eaux usées (Libutti, et *al.*, 2018 ; Gatta et *al.*, 2015 ; Morari et Giardini, 2009 ; Esteban, et *al.*, 2008 ; Qadir et *al.*, 2007 ; Toze, 2006 ; FAO, 2003). En raison des conditions d'aridité et de rareté d'eau douce dans les pays comme l'Arabie Saoudite, le Koweït et la Jordanie, la réutilisation des eaux usées en agriculture reçoit une grande attention et une reconnaissance accrue en tant que source d'eau potentielle (Abdul Hameed et *al.*, 2010).

L’Israël, l’Espagne, l’Italie et la Tunisie, sont les pays méditerranéens leaders mondiaux dans la réutilisation des eaux usées (figure 3). Cette option de réutilisation est considérée comme une voie raisonnable pour réduire le déficit hydrique et remplacer une partie des eaux superficielles allouées à l’agriculture. Dans le monde, il est observé un développement très rapide avec une croissance des volumes d’eaux usées réutilisées de l’ordre de 10 à 29 % par an, en Europe, aux États Unis et en Chine, et jusqu’à 41 % en Australie (Lazarova et Brissaud, 2007).

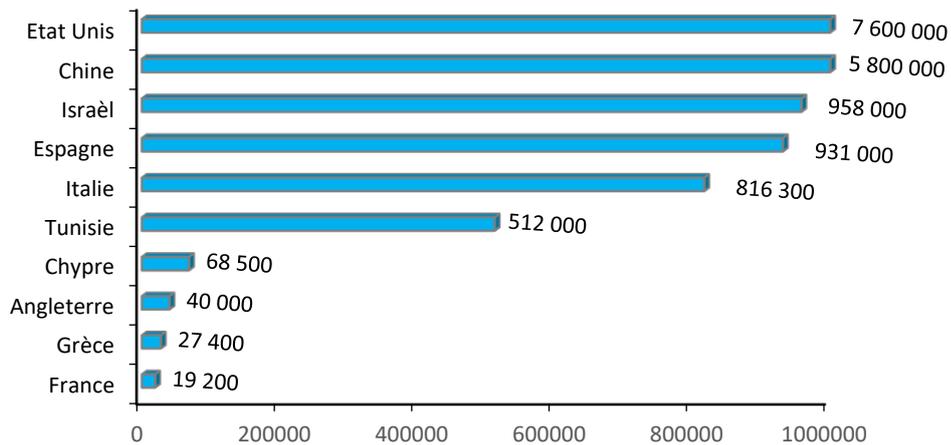


Figure 3. Volume moyen (m³/jour) des eaux usées recyclées dans quelques pays euroasiatiques et du pourtour méditerranéen (Jiménez et Asano, 2008).

En Algérie, bien que le taux de couverture du réseau d’assainissement soit de l’ordre de 85 %, seules 20 % des eaux usées collectées sont traitées (Medkour, 2003). Le volume global d’eaux usées rejetées annuellement est évalué à près de 600 millions de m³, dont 550 pour les seules agglomérations du nord. La réutilisation des EUE pour l’irrigation concerne en priorité les zones déficitaires en eaux conventionnelles.

Le potentiel hydrique accordé à des fins agricoles évolue de manière significative d’environ 17 millions de m³ en 2011 à environ 200 millions de m³ en 2014 (ONA, 2016). Le contexte climatique combiné au développement d’une agriculture irriguée ont conduit à la mise en œuvre de projets destinés à la réutilisation des EUE. Hartani (2004), observe que la contribution des eaux usées est de 13,4 % dans le cas de la région Chelif Zahrez, de 21,4 % dans la région de Constantine (Seybousse-Mellegue) et de 34,9 % dans l’Oranie (Chott-Chergui).

Les eaux épurées par l’ONA contribuent déjà dans les périmètres irrigués tels que Hennaya (912 ha) à Tlemcen, M’léta (8000 ha) à Oran, Hamma-bouziane (327 ha) à Constantine, Dahmouni (350 ha) à Bordj Bou Arreridj (Hannachi et al., 2014). Les études prévisionnelles montrent qu’à l’horizon 2020 le volume d’eau rejeté serait de 1150 Mm³ (MRE, 2003) et contribuerait à porter la superficie agricole prédisposée à l’irrigation à 1M ha (Kessira, 2004).

I.1.4. Boues résiduaires urbaines

I.1.4.1. Composition des boues résiduaires urbaines

La composition d'une boue est le résultat de l'accumulation des composés minéraux, des composés organiques réfractaires et de la masse microbienne (Paul et *al.*, 1999). Les boues résiduaires représentent avant tout une matière première composée de différents éléments (Matière organique, éléments fertilisants, d'éléments traces métalliques, d'éléments traces organiques) et d'agents pathogènes. La fraction organique (près de 40%) a une structure dominée par de gros polymères (cellulose, lignine), de macromolécules, de biomolécules (protéines, sucres), d'acides organiques et d'une fraction lipidique (Trably, 2002). Les floccs bactériens, décantant au fond des clarificateurs, sont des formes d'agrégats plus denses que l'eau et qui constituent la fraction biologique des boues résiduaires. Les protéines et les polysaccharides sont les éléments dominants dans la composition des matières organiques, contrairement au fumier qui renferme plus de composés lignocellulosiques. L'aptitude d'un matériau organique à former de l'humus (matière organique stable) est exprimée par le coefficient isohumique. Le fumier décomposé forme 50 % de matière organique stable alors que les boues de stations d'épuration ont un coefficient isohumique de l'ordre de 15% (Rémy et Martin-Laflèche, 1974), d'où une variation dans les teneurs en humus formé après épandage sur les sols agricoles.

I.1.4.2. Valorisation agricole des boues

Tenant compte de la composition des boues, l'épandage sur les terres agricoles permettrait de couvrir une partie des besoins des cultures en nutriments majeurs et oligo-éléments. Il s'agit de la voie privilégiée dans un esprit de recyclage et de réutilisation des matières fertilisantes. Les boues constituent une source de Phosphore, d'azote et affecte positivement les propriétés des sols tels que le pH, la teneur en matière organique et la capacité d'échange cationique (Tsadilas et *al.*, 1995 ; Giusquiani et *al.*, 1992). L'épandage agricole est en outre motivé par l'augmentation des rendements des cultures et le souci de réduire la facture consentie pour l'achat des engrais et des matières fertilisantes au sein des exploitations agricoles.

La valorisation agricole des boues nécessite l'adoption d'un plan d'épandage à la parcelle accompagné d'un bilan agronomique (nutriments, teneurs initiale en métaux, flux des apports) et d'une étude d'impacts sur son entourage immédiat (nuisance au voisinage). La première étape de la filière consisterait donc, à établir les caractéristiques de la boue par rapport à une utilisation agricole (figure 4), si les résultats sont conformes aux valeurs seuils, l'épandage peut être

envisagé. Dans le cas contraire, les boues doivent prendre d'autres filières telles que l'incinération ou le stockage.

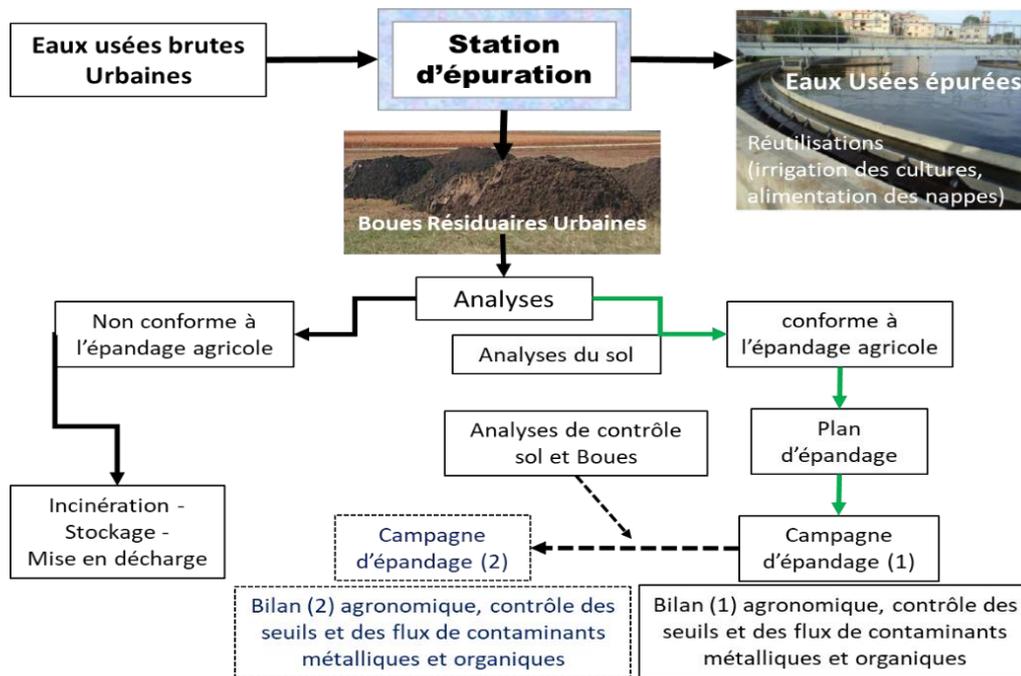


Figure 4. Schéma d'élimination des boues résiduaires urbaines.

I.1.4.2.1. Intérêts agronomiques des boues.

La valorisation des boues en agriculture est intéressante, tant par les quantités de matière organique qu'elles contiennent que par la présence en quantité appréciable d'éléments fertilisants. La teneur élevée en matière organique, en azote et en phosphore justifient l'utilisation des boues résiduaires comme matière fertilisante et aussi comme amendement organique du sol (Lasheen et Ammar, 2009 ; Scancar et *al.*, 2001). La teneur des principaux paramètres agronomiques est variable en fonction du milieu producteur des boues (tableau 4). Les matières organiques qui constituent près de la moitié de la composante des boues contribuent aussi bien à stimuler l'activité biologique que à améliorer les conditions physiques telles que la capacité de rétention en eau, la densité apparente, la stabilité des agrégats et l'infiltration des eaux (Annabi, 2005 ; Abiven, 2004 ; Giusquiani et *al.*, 1992).

Les boues contiennent des quantités appréciables d'éléments fertilisants et la fraction azotée disponible mise à disposition dans le sol pour la culture est estimée à 35 %. Cette forte disponibilité azotée explique le développement intense de la végétation juste après épandage. En revanche, la partie de l'azote sous forme organique, nécessite une minéralisation de la matière organique pour être mise à disposition des plantes. La teneur en azote ammoniacal est très faible, Juste et Catroux, (1980), estiment que cette part d'azote est évaluée entre 5 et 10%.

Tableau 4. Exemples de composition des boues résiduaires urbaines.

Paramètres	DBK ^(a)	Baraki ^(b)	Faenza ^(c)	Nancy ^(d)	Espagne ^(e)	Turquie ^(e)	USA ^(e)
pH	6,6	7,8	6,9	6,9	7,62	7,6	7,34
CE (µS/cm)	1500	-	-	-	-	638	-
MO (%)	23	18	46	47	-	27	48
P ₂ O ₅ (%)	4,3	0,12	0,54	2,12	1,64	1,95	2,3
Nt (%)	2,0	3,82	5,7	-	2,42	7,03	3,3
Na (%)	0,2	0,02	-	-	0,1	-	0,2
K ₂ O (%)	0,03	0,06	0,52	0,24	0,2	0,561	0,3
CaO (%)	1,3	2,19	-	5,53	4,75	-	3,9
MgO (%)	0,01	0,96	-	0,48	1,58	-	0,4

(a) Benmouffok, (1994) ; (b) Igoud, (2001) ; (c) Gigliotti et *al.*, (2001) ; (d) Pommel et Lasserre, (1982) ; (e) Mtshal et *al.*, (2014)

La matière sèche des boues contient une fraction appréciable de phosphore, cette richesse provient essentiellement des détergents dissouts dans les eaux usées et constitue un des attraits majeurs pour la valorisation agricole (Morel, 1977). Sommers (1977) donne une valeur moyenne de concentration en phosphore de 4,7% relativement à la matière sèche. 5 à 6% du phosphore total des boues se trouvent sous forme de phosphate organique et le phosphore minéral étant surtout constitué par des associations avec les composées du Fe, d'Al du Ca et du Mg qui abondent dans la plus part des boues (Juste et Catroux, 1980). Par ailleurs, dans les BRU, la concentration des éléments varie aussi en fonction du temps, au fur et à mesure du séchage on enregistre des pertes en P, N, K et Mg (Benmouffok, 1994).

Le potassium dont le rôle est essentiel dans l'alimentation des végétaux, est généralement présent en faible quantité dans la matière sèche des boues de Step. Les analyses d'échantillons de boues de diverses Step indiquent des teneurs en potassium faibles à négligeables, mais avec un coefficient de disponibilité de 100 %. En revanche, les teneurs en calcium sont importantes, et certaines boues chaulées peuvent être considérées, en tant qu'amendement calcique, améliorant le pH et l'ensemble des propriétés physico-chimiques et biologiques des sols liées au calcium.

Selon la dose appliquée, les boues peuvent couvrir, en partie ou en totalité, les besoins des cultures en éléments majeurs et secondaires. Les éléments en traces tels que le Cu, Zn, Cr, et Ni présents dans les boues sont aussi indispensables au développement des êtres vivants. L'épandage agricole reste la voie privilégiée dans plusieurs pays (Cabaret et *al.*, 2002 ; Chassande et *al.*, 2000). Les apports de boues permettent en effet d'enrichir le sol en azote, en carbone organique, mais également d'améliorer certaines propriétés des sols telles que la structure, la porosité, la capacité de rétention en eau (Mtshali et *al.*, 2014 ; Sommers, 1977). De

plus, des publications récentes montrent que les MOS participent à la réduction de la mobilité des métaux, ceci implique un rôle environnemental important (Kwiatkowska-Malina, 2017 ; Merdy et *al.*, 2009 ; Merdy et *al.*, 2002 ; Lagier et *al.*, 2000).

I.1.4.2.2. Valorisation agricole des boues en Algérie

En Algérie le taux d'épandage des boues sur les terres agricoles est de 25% (Ladjal et Abbou, 2016). Ce taux est susceptible d'augmenter à l'avenir, vu la forte acceptation des agriculteurs et l'augmentation des quantités de boues qui seront produites par les Step urbaines estimées à 450000 tonnes par an à l'horizon 2020 (MRE, 2012). A titre de comparaison, la quantité de boues destinée à la valorisation en agriculture représente 60% en France, 90% en Wallonie, 70% au Luxembourg, et 67% au Danemark (Cabaret et *al.*, 2002 ; Chassande et *al.*, 2000). La valorisation des boues et des eaux issues des Step urbaines souscrit une dynamique participant à l'élimination de déchets encombrants dans les Step, tout en tirant profit des substances contenues dans ses matières. Nos observations, réalisées en milieu agricole, montrent que l'utilisation de la boue et des EUE est présente et les avis exprimés vont dans le sens d'une acceptation et même d'une large utilisation. Cette option est justifiée par des expériences de terrain concluantes et dont certains résultats sont publiés dans les domaines agricole (Benmouffok, 1994) et sylvicole (Igoud, 2001).

La contrainte de disponibilité des surfaces agricoles en mesure d'accueillir l'ensemble des boues est un facteur limitant pour la promotion de la voie de valorisation agricole. A cet effet, le conditionnement, la stabilisation du produit et le développement de technique de séchage et de granulation permettraient d'étendre l'épandage aux parcelles situées loin des Step. L'engouement des agriculteurs à répandre les BRU sur leurs parcelles, associé au caractère gratuit de ces dernières présagent une forte extension de la valorisation agricole en Algérie. Cette modalité d'exploitation nécessite un encadrement juridique et la mise en place de conventions contraignantes entre producteurs (Step) et utilisateurs (agriculteurs, pépiniéristes, paysagistes) pour garantir une gestion durable des ressources naturelles. La pérennisation de cette technique tient également à la garantie d'innocuité et de la sécurité des utilisateurs.

I.1.4.3. Autres voies d'élimination des boues

Les principales voies d'élimination des boues des stations d'épuration urbaines sont : la valorisation agricole (épandage sur les terres agricoles), l'incinération et la mise en décharge (au même titre que les déchets ménagers) soit sur les berges ou dans les centres d'enfouissement techniques (CET). La position des législations diffère d'un pays à un autre ; la France au même

titre que d'autres pays européens interdit la mise en décharge. En Algérie, la volonté de valorisation des produits des Step existe, mais la législation actuelle est limitée à la valorisation des EUE et ne préconise pas de mesures réglementaires particulières spécifiques aux BRU. Ainsi, dans la plupart des localités les Step n'ont de choix que d'orienter les boues produites vers la décharge publique, au même titre que d'autres déchets urbains. Concrètement, cette modalité de gestion ne fait que transférer les polluants extraits des eaux usées vers des sites sensibles tels que les rivières, les nappes, les retenues collinaires et les barrages.

a. Incinération

Cette technique consiste à brûler à haute température (1200°C), dans un incinérateur les boues en présence généralement d'un catalyseur. En plus des fortes quantités d'énergie, cette technique nécessite de forts coûts d'investissement et les conséquences directes de la mise en place d'un incinérateur sont les émissions de gaz et des poussières dans l'atmosphère. Cette technique reste aussi néfaste du point de vue écologique et environnemental puisqu'elle contribue en plus au gaspillage de matières organiques utiles pour le sol à la diffusion de gaz très toxiques (NO, NO₂, CO, SO et dioxine). Cependant, certains pays comme la Suisse, après avoir interdit l'épandage agricole en 2003, ont adopté l'incinération dans un objectif de production de l'énergie thermique (OFEFP, 2004).

b. Mise en décharge

L'évacuation des boues vers la décharge publique à ciel ouvert ou bien les CET, se présente comme la voie la moins valorisante et la moins écologique. Les risques de transfert de la pollution vers les différents compartiments de l'écosystème semblent clairs et évidents. En Algérie, cette voie d'élimination figure dans le protocole de gestion des boues résiduaire urbaines, elle est même l'unique moyen de se débarrasser de ce déchet encombrant les aires limitées des Step. Cette voie d'élimination qui représentée 20 à 25% en France est désormais interdite par la législation depuis le 1 juillet 2002, seules les boues à très forte teneur en métaux (considérées comme déchets ultimes) inacceptables à l'épandage agricoles, sont autorisées à la mise en décharge.

I.1.4.4. Risques environnementaux liés aux boues

Les boues résiduaire urbaines peuvent contenir divers micro-organismes pathogènes et aussi des polluants métalliques et organiques à des teneurs nocives pour l'Homme et à l'environnement. Cependant, Chassande et *al.*, (2000) notent qu'en 30 ans de pratique d'épandage, aucun accident portant directement atteinte à la santé publique n'a été recensé. L'application des boues sans mesures de protection, expose les agriculteurs et leur voisinage à

des risques sanitaires via la manipulation directe ou l'inhalation des poussières. L'épandage des boues sur les terres agricoles constitue également une voie d'introduction des contaminants organiques et inorganiques dans les sols et les nappes phréatiques capables d'altérer leurs qualités physiques, chimiques et biologiques (Lasheen et Ammar, 2009 ; Walter et *al.*, 2006).

a. Risques biologiques liés aux organismes pathogènes

Dans le cas des Step à boues activées les processus d'épuration sont essentiellement basés sur le travail des micro-organismes. Ces derniers sont présents en abondance, mais seule une faible fraction est pathogène (Sahlström et *al.*, 2004 ; Elissalde, 1994). L'état sanitaire de la population raccordée et des animaux vivant dans le réseau (rongeurs) influencent la teneur et la nature des germes pathogènes présents dans les boues d'épuration au même titre que les rejets des abattoirs, des unités de santé et des unités agro-industrielles.

Les procédés d'épuration biologiques n'ont qu'une efficacité limitée sur l'élimination des micro-organismes pathogènes : la digestion anaérobie mésophile permet un abattement des bactéries de l'ordre de 90 à 99%, ce qui est insuffisant pour prévenir le développement ultérieur des bactéries lors du stockage (Couturier et Galtier, 1999). Dans la liste des germes pathogènes détectés dans les boues (*Annexe 2*), la Salmonelle est le plus courant dans les boues brutes et traitées des stations d'épuration. La Salmonelle n'est pas entièrement éliminée après traitement, les échantillons subissent seulement un rabattement de près de 45% des germes, par rapport aux échantillons de boues brutes (Sahlström et *al.*, 2004). Le suivi après épandage des coliformes thermotolérants est nécessaire pour réduire les risques sanitaires. Des procédés d'hygiénisation sont préconisés tels que le compostage de la boue, le séchage et le traitement thermique à 108°C avant l'épandage.

b. Risques chimiques liés aux Eléments Traces Métalliques (ETM)

Les composés chimiques potentiellement toxiques susceptibles d'être rencontrés dans les boues sont les éléments traces métalliques (métaux et métalloïdes) et les composés traces organiques (HAP, Phthalates, PCB) (Trably, 2002). 70 à 90% des contaminants chimiques sont agrippés par les boues lors de l'opération d'épuration des eaux usées brutes (Chassande et *al.*, 2000). La concentration des boues est fonction de la pollution des eaux usées brutes et de l'efficacité des différentes phases des traitements (procédé d'épuration, stabilisation, déshydratation) adoptés dans la station.

Le transport des eaux usées dans des réseaux non séparatifs (unitaires), comme c'est en Algérie attribue la présence des ETM dans les eaux usées au ruissellement venant des voiries, des toitures, des chaussées, des canalisations et des rejets de certaines activités industrielles et

artisanales (unités agroalimentaires, unités de soudures, lavage de pièces, etc). Les eaux de ruissellement des chaussées transportent des charges importantes de polluants (Legret et *al.* 1997). Plusieurs auteurs montrent que la nature et la teneur en métaux dans la boue est très variables (tableau 5). Sommers (1977) a montré que le coefficient de variation des concentrations de métaux dans les boues résiduaire issues des villes américaines est très importante : Cd, 27-160% ; Zn, 26-58% ; rapport Cd/Zn, 18-190 ; Cu, 18-167% ; Ni, 12-144%); et Pb, 9-56%. La composition de la boue est déterminée par la qualité des eaux usées brutes qui dérive essentiellement des résidus d'excréments humains, de restes de nourritures et des produits de nettoyages. En revanche, les boues d'origine industrielle sont marquées par les débits des effluents, la nature de l'activité, et peuvent évoluer en fonction du temps, du climat et d'autres facteurs d'ordre techniques (nature des réactifs, nombre et intensité des lavages).

Tableau 5. Concentrations (mg.kg⁻¹ de MS) des ETM dans les boues urbaines.

Source	Pays	Ville	Cd	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
Igoud 2001	Algérie	Baraki	6,4	63	393	-	40,6	386
Rufiaurrea et <i>al.</i> , 1989	Espagne	Zaragoza	11,5	578,3	298,1	232,1	137,1	1635
Scancar et <i>al.</i> , 2001	Slovenia	Domzâle	2,5	945	523	1186	91	2950
Ahumada et <i>al.</i> , 2004	Chili	Santiago	-	260	377	130	67	1214
Barona et <i>al.</i> , 1999	Espagne	Asua	-	-	35,5	40	-	621
		Barakaldo	-	-	66	19	-	190
		Erandio	-	-	120	64	-	1270
		Loiu	-	-	16	150	-	344
Seleem, et <i>al.</i> 2011		Sadat city	-	125 à 510	256 à 802	170 à 385	100 à 215	555 à 1026
		Helwan	3,2	107	198	39	-	1770
Lasheen et Ammar 2009	Egypte	E G E Asfer	2,65	1120	311	56	-	515
		06-oct	3,42	234	1391	292	-	3238
		El Berka	3,56	192	200	56	-	1182
		Balaqus	2,16	361	185	37	-	685

A concentrations faibles, les métaux ont une action positive sur les réactions biologiques (processus enzymatique des micro-organismes), tandis qu'à concentrations élevées ils deviennent inhibiteurs et même toxiques. Les métaux ne sont pas tous toxiques, certains sont même utiles pour un déroulement normal de certaines fonctions vitales des organismes vivants. Ainsi, en fonction de leurs utilités, deux catégories de métaux peuvent être distinguées dans le milieu naturel : les éléments métalliques essentiels au développement des organismes vivants (Cu, Zn, Co, Fe, Mn, Ni, Cr, V, Mo, Se, Sn) (Sarazin et *al.*, 2000), et les éléments non essentiels (Pb, Cd, Hg) toxiques aux organismes vivants (Sigg et *al.*, 1992).

c. Risques chimiques liés aux Composés Traces Organiques (CTO).

Les CTO regroupent des composés aliphatiques, aromatiques monocycliques ou aromatiques polycycliques. Les composés à risque environnemental, en raison de leur persistance, sont globalement les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), les polychlorobiphényles (PCB), les détergents et les pesticides. Les CTO sont peu solubles dans l'eau sont adsorbés à la surface des particules organiques constituant les boues. Les HAP proviennent de la combustion des carburants et arrivent aux Step par le ruissellement (lavage et pluies) des chaussées et les écoulements de la voilerie. Malgré leur faible quantité, ces composés posent un problème environnemental, bien que dégradés par l'activité microbologique du sol, à concentration élevée, ils peuvent devenir toxiques pour les micro-organismes utiles pour les sols. Ce type de pollution est encore difficile à quantifier : à l'heure actuelle, peu de résultats existent quant au transfert des CTO vers les plantes, les animaux et les Hommes, mais une réglementation encadrant ce domaine existe (Tableau 6).

Tableau 6. Valeurs limites des CTO dans les boues (ADEME, 1999)

Composés Traces Organiques	valeurs moyennes (mg.kg ⁻¹ MS)	valeurs limites réglementaires (mg.kg ⁻¹ MS)
Fluoranthène	0,53	5
Benzo (a) fluorenthène	0,39	2,5
Benzo (a) pyrène	0,31	2
PCB	0,19	0,8

Le risque de contamination des sols par les CTO peut se produire suite à l'épandage de boues résiduelles et l'irrigation avec les EUE. Cependant, les retombées atmosphérique et le ruissellement des eaux sont aussi des voies de contamination non négligeables dans l'environnement. De plus, il semble que, pour les plantes cultivées, le risque de contamination soit plus important au niveau des feuilles (contact avec des particules atmosphériques) par déposition que par les racines (Trably, 2002 ; Hedjam, 2019). A cet effet, il convient de relativiser sur l'effet des boues et de considérer dans les études d'impacts l'ensemble des sources de contamination de l'environnement.

I.1.5. Cadre réglementaire pour les boues et des eaux usées

Une réglementation encadrant la gestion des boues et des eaux usées urbaines fait partie d'une vision ambitieuse de protection de l'environnement et d'une conversion d'une activité d'élimination d'un déchet encombrant à une activité utile et valorisante de matières qui n'en présente à priori aucune. L'utilisation des boues en tant qu'amendement organique des sols,

est encadré par des lois en Europe (le décret du 8 décembre 1997, l'arrêté du 8 janvier 1998, Directive Européenne) et aux USA (USEPA-directive 40 CFR de part 258) (Tableau 7).

L'adoption de normes d'application des boues ou des déchets de nature semblable pour les sols agricoles, représente l'avènement d'une nouvelle ère de gestion des déchets et d'une stratégie contribuant à une croissance économique et respectant les modalités d'un développement durable. Le recyclage agricole se présente comme une filière écologiquement acceptable (IFEN, 2001) et financièrement durable (ADEME, 1999) et constitue souvent un paramètre motivateur d'autres activités socio-économiques. En effet, la fixation des seuils peut nécessiter des investissements supplémentaires des industries et des collectivités désignées comme sources de pollutions pour être en adéquation avec la stratégie retenue. Ces réglementations fixent des limites en fonction des traitements pour les ETM (Cu, Zn, Cd, Pb, Se, Ni) et s'étend à 10 molécules de CTO (fluoranthène, benzo(b)fluoranthène, benzo(a)pyrène et de 7 PCB) dans les boues (ADEM, 1999). Cependant, les normes développées se basent sur la teneur totale dans la boue sèche et présentent une certaine sélectivité des métaux à risque environnemental (tableau 7). Dans les EUE, les teneurs des ETM sont faibles et ne constituent pas un facteur limitant leurs réutilisation en irrigation des cultures mais des seuils limits existent (voir *Annexe I*).

Tableau 7. Teneurs maximales des ETM (mg.kg⁻¹ de MS) dans les boues destinées à l'épandage agricole.

		Cd	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
Directive 86/278		20-40	-	1000-1750	300-400	750-1200	2500-4000
Allemagne		10	900	800	200	900	2500
Espagne	Sol pH<7	20	1000	1000	300	750	2500
	Sol pH>7	40	1500	1750	400	1200	4000
France		20	1000	1000	200	800	3000
Italie		20	-	1000	300	750	2500
Danemark		0,8	100	1000	30	120	4000
Suède		2	100	600	50	100	800
USA		85	3000	4300	420	840	7500

I.1.5.1. Cadre réglementaire en Algérie

La récente législation algérienne sur l'eau et l'environnement prend en compte la réutilisation des eaux usées mais n'intègre aucunement les boues résiduares. La réglementation fixant les spécifications des EUE est contenue dans les dispositions mises en place depuis 1993 (Décret Exécutif n° 93-160 du 10 juillet 1993, Décret Exécutif n°07/149 du 20 Mai 2007 et l'Arrêté Interministériel du 2 Janvier 2012) attribuant un rôle dans la limitation du déficit hydrique en période sèche, l'extension des surfaces agricoles irriguées, la sélection des cultures à irriguer,

et fixant de même les modalités d'utilisation des eaux usées épurées sous forme de concession et de conventions entre producteurs (Step) et utilisateurs (agriculteurs). A ce titre les boues des stations d'épuration et l'ensemble des déchets domestiques sont principalement orientés vers les décharges et les CET sur la base des lois suivantes : -Décret Exécutif 2001-19 du 12 Décembre 2001 relatif à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets qui oblige à trouver une solution au devenir des boues de Step ; -Décret Exécutif 2006-104 de 28 Février 2006 fixant la nomenclature des déchets qui classifie les boues de STEP comme des déchets spéciaux voire même dangereux en cas de présence des eaux d'origine industrielle.

Globalement, la politique environnementale mise en place, dispose d'un programme national de gestion des déchets municipaux et des déchets spéciaux industriels et de santé (PNAGDEM). Les actions d'envergure nationales, consistent en l'éradication des décharges "sauvages" la mise en place de décharges publiques contrôlées et la construction de CET. Les déchets générés au niveau des agglomérations représentent 10,3M de tonnes par an, avec une proportion de 0,8Kg/jour et par habitant. Le profil actuel des déchets municipaux est fortement organique, alors que le plastique, le papier et le textile sont dans des proportions voisines de 10% (figure 5). La forte proportion de matières organiques constitue un atout important pour l'intégration des déchets issus des villes dans les projets de valorisation à des fins agricoles.

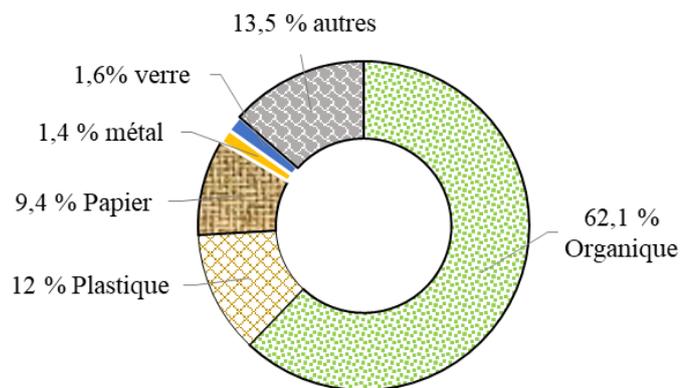


Figure 5. Composition des déchets municipaux en Algérie (Kehila, 2014).

Le positionnement de l'Algérie en faveur d'un développement durable, a été renouvelé à plusieurs reprises notamment par l'adoption des recommandations de l'ensemble des conférences internationales (Rio de Janeiro en 1992 ; Kyoto en 1997 ; Johannesburg en 2002, Copenhague en 2009, Cop 21 en 2016). Par contre, l'instauration d'un cadre réglementaire stricte et contraignant en matière de recyclage agricole des boues a de la peine à se mettre en place pour fixer les modalités relatives aux procédures d'instructions et d'engagement d'un plan d'épandage des boues au sein des exploitations agricoles.

I.1.5.2. Directive européenne 86/278/CEE

La directive 86/278/CEE (notifiée aux états membre le 12 Juin 1986), est relative à la protection de l'environnement, notamment des sols, et elle définit les modalités techniques à observer lors de l'épandage des boues résiduairees sur les sols agricoles. Simultanément à cette directive et en application de la directive 1999/31/CE, depuis 2002, les boues d'épurations des eaux usées urbaines ne sont plus admises en décharge, ce qui a pour conséquence d'abord une nette croissance des quantités de boues à gérer et une reconsidération du recyclage agricole comme une alternative de gestion essentielle dans les pays européens.

Les modalités techniques de la directive insistent sur la prise en compte, non seulement du besoin en éléments fertilisants de la culture, mais aussi la concentration en éléments traces métalliques. A ce titre trois types de seuils sont à prendre en compte : - la teneur au niveau du sol, - la teneur au niveau de la boue à répandre et - le flux de transfert de métaux. La détermination des concentrations des ETM doit être réalisée selon une méthodologie convenue (par spectrophotométrie) après digestion à l'aide d'un acide fort.

Plusieurs pays européens disposent de textes transposant la directive 86/278/CEE. Cette adoption par les pays membre est en fonction de leurs objectifs intérieurs et a abouti à des réglementations nettement variables. Les informations récoltées dans les publications de l'ADEME (1999), ECOLOGIC (2009) et le site internet du CIRCA (2009), montrent une forte hétérogénéité des seuils limites et des conditions de valorisation agricole des boues (*Annexe 3*).

En France la réglementation est confortée par l'arrêté du 08 Janvier 1989 et l'adoption de la norme NF U 44 041. En plus des seuils en éléments traces métalliques pour les boues, l'arrêté préconise des seuils pour les composés traces organiques (CTO) parmi lesquels figurent les 7 polychlorobiphényles (PCB) et 3 Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) : le benzo(a)pyrène, le fluoranthène et le benzo(b)fluoranthène. L'arrêté fixe aussi l'obligation de réaliser un bilan microbiologique sur les boues en mesurant le nombre d'œufs d'Helminthes (parasites intestinaux) et d'organismes pathogènes (*E. Coli* et entérovirus).

I.1.5.3. Flux des ETM au sol

La notion de flux de matières porte sur la limitation de l'apport de métaux au sol, suivant la charge en métaux présente dans la boue. La dose d'épandage maximale autorisée, par unité de surface et de temps, doit correspondre à un flux inférieur aux valeurs d'ETM indiqués au tableau 8. A cet effet, la Directive Européenne préconise la réalisation d'un document de synthèse chaque 3ans pour évaluer l'impact des apports sur la concentration du sol. Les flux les plus bas

sont enregistrés dans la législation de la Suède et du Danemark. Ce type de paramètres limite la réutilisation, réduit les quantités épandues et nécessite des surfaces agricoles importantes pour pouvoir éliminer l'ensemble des boues produites dans un pays.

Tableau 8. Flux maximum en ETM autorisé en (kg/ha/an) dans les pays européens.

	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn	D. d'ép. Max.* (T de MS/ha/an)	pH du sol
Allemagne	0,2	-	7,5	0,085	2,1	1,5	14	1,67	>5
Danemark	0,01	0,7	7	0,01	0,21	0,84	28	7	>6
Espagne	0,15	3	12	0,1	3	15	30		>6
France	0,15	15	15	0,15	3	15	45	3	5<pH<6 Boue chaulée Si non pH>6
Grèce	0,15	5	12	0,1	3	15	30	-	>6
Italie	-	-	-	-	-	-	-	5	>6
Suède	0,00075	0,04	0,3	0,0015	0,03	0,03	0,6	-	>6

(*) Dose d'épandage maximale

I.1.6. Conclusion

Les quantités de boues et les volumes des EUE sont appelées à croître régulièrement avec l'augmentation de la population, la forte urbanisation et le taux de satisfaction des besoins en eau. Les données d'analyses présentées dans la littérature témoignent que les BRU et les EUE constituent une source de carbone, de calcium, d'azote, de phosphore et de microéléments. La réutilisation en agriculture représente une approche durable du recyclage des nutriments et la restitution des matières organiques au sol. De tels mécanismes sont bénéfiques en milieu méditerranéen où les terres agricoles subissent une perte continue de la fertilité. Cependant, les boues et les eaux usées sont aussi sources d'éléments traces métalliques, traces organiques et d'agents pathogènes susceptibles d'engendrer des risques sanitaires et environnementaux. Les utilisateurs sont sujets à des risques sanitaires via la manipulation directe ou inhalation des poussières, mais aussi une voie d'introduction des contaminants dans le milieu de vie.

L'adoption de la valorisation agricole passe par l'établissement d'un plan tenant compte des sols, de la composition des boues et des conditions du milieu récepteur et du voisinage. Après chaque campagne, il est nécessaire de réaliser un bilan agronomique annuel initié en conformité avec les seuils et les flux considérés des ETM. L'usage à long terme peut être à l'origine aussi d'une accumulation significative de métaux comme Zn, Cu, Pb et Cd dans le sol et les plantes et affecter la qualité des sols des nappes phréatiques et des récoltes.

I.2. Matières organiques dans le sol

I.2.1. Introduction

Les matières organiques sont une composante ubiquiste des différents compartiments de l'écosystème : les sols (Paterson et *al.*, 2008; Marschner et *al.*, 2008), les eaux de surface (Violleau, 1999), les eaux souterraines (Artinger et *al.*, 2000), les effluents de Step (Mtshal et *al.*, 2014) et les décharges publiques (Kang et *al.*, 2002). La nature et la composition des matières organiques sont dépendantes des caractéristiques de leur environnement. Dans le sol, on distingue une matière organique sous forme particulaire (MOP) et une matière organique sous forme soluble (MOD). La MOP peut être libre, ou incluse dans des structures comme les agrégats. La MOD peut être qualifiée de matière organique "labile", de densité inférieure à 1 (Paterson et *al.*, 2008 ; Six et *al.*, 1998), c'est une fraction soluble très réactive avec la solution du sol et les micro-organismes. Autrement dit, la matière organique du sol (MOS) peut être subdivisée en quatre catégories : les organismes vivants, la matière organique fraîche, les composés organiques particuliers et les composés organiques dissouts.

Dans le domaine environnemental, l'étude des matières organiques suscite un grand intérêt scientifique en raison de leurs capacités à accrocher et limiter la migration d'ETM, de divers pesticides et polluants organiques, et à réduire leurs biodisponibilité et leur mobilité. Ces caractères motivent plusieurs projets de recherches pour définir leurs fonctions dans le rôle du sol en tant que filtre naturel (Temminghoff, 1997 ; Senesi, 1990 ; Sposito et *al.*, 1982).

I.2.2. Matières organiques vivantes

Les Matières Organiques Vivantes englobent la totalité de la biomasse active : végétale et animale colonisant le sol. Ce compartiment dynamique renferme les bactéries, les champignons et les algues, mais également les protozoaires. Le tableau 9 donne des ordres de grandeur d'abondance et de biomasse de certains taxons de faune du sol. La faune du sol comprend plusieurs centaines de millions d'individus au mètre carré et plusieurs centaines d'espèces différentes d'invertébrés sont répertoriées (Cluzeau et *al.*, 2005).

Les animaux (vertébrés et invertébrés), tels que les vers de terre participent activement à la décomposition de la matière organique et au renouvellement du sol, les galeries et les chemins creusés participent à l'aération du sol, la pénétration des racines et la création de voies préférentielles d'écoulement des eaux et contribuent ainsi à la dispersion des composés organiques et minéraux. L'interface sol-racine ou rhizosphère représentant la mince couche de sol où l'activité microbienne est très intense et qui se traduit par une forte teneur en CO₂

(Darrah, 1993). Les extrémités racinaires et les MO apportées au sol constituent le siège d'un développement abondant de microorganismes (Parkin, 1987 ; Lynch, 1990). Les bactéries interviennent dans les processus d'oxydo-réduction, elles peuvent, par exemple jouer sur les réactions entre sulfures/sulfates ou Fe(III)/Fe(II), ce qui a pour conséquence la mise en solution des ETM co-précipités avec ces composés. Des bactéries précipitant l'arsenic (As) sous forme d'arséniate ferrique stable ont pu être observées sur les sites miniers fortement contaminés (Leblanc et *al.*, 1995)

Tableau 9. La biomasse microbienne dans le sol (Cluzeau et *al.*, 2005).

Groupe	Individus /m ²	Biomasse (g.m ⁻²)
Protozoaires	10 ⁵ - 10 ¹¹	6 à > 30
Nématodes	10 à 30 millions	1 à 30
Vers de terre	50 à 400	20 à 400
Acarions	2 x10 ⁴ à 40x10 ⁴	0,2 à 4
Collemboles	2 x10 ⁴ à 40x10 ⁴	0,2 à 4
Larves d'insectes	Jusqu'à 500	4,5
Myriapodes	#	#
Diplopedes	20 à 70	0,5 à 12,5
Chilopodes	100 à 400	1 à 10
Isopodes	Jusqu'à 18000	Jusqu'à 4

I.2.3. Matières Organiques fraîches

Ce compartiment est constitué des débris d'origine végétale, animale, fongique et microbienne (exsudats, déjections, cadavres, résidus végétaux). Associés aux composés organiques intermédiaires issus de l'activité de la biomasse microbienne, appelés aussi produits transitoires (évolution de la matière organique fraîche), ces matières constituent dans les sols le compartiment facilement décomposables. L'évolution (turover) des matières organiques incorporées au sol est une conséquence des processus de minéralisation et d'humification (figure 6).

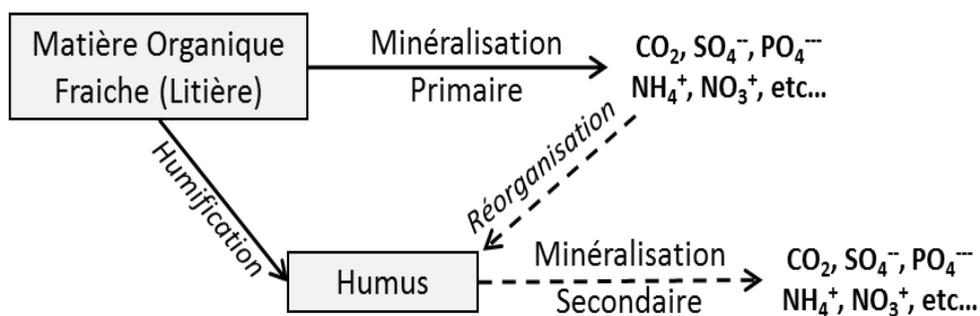


Figure 6. Evolution des matières organiques dans le sol (Duchaufour, 1997)

Un turnover lent correspondrait à une faible minéralisation et un stock d'humus plus élevé. Un turnover rapide correspondrait à une forte minéralisation et un stock d'humus incorporé au sol faible. Ainsi le niveau de carbone dans un sol dépend des entrées régulières dans le système et des pratiques culturales pour compenser les pertes par minéralisation.

I.2.4. Composés organiques stabilisés

La fraction de matière organique stabilisée est composée des acides fulviques, des acides humiques (AH) et de l'humine. Les substances humiques représentent 70 à 90 % des matières organiques du sol (MOS), elles assurent la fertilité du sol à moyen et long terme (Chamayou et Legros, 1989). La teneur en matière organique donnée par l'analyse de sol correspond en grande partie à cette forme de MOS couramment désignée par humus, c'est la fraction insoluble dans l'eau quel que soit le pH (Sutton et Sposito, 2005) et qui se compose de macrostructures organiques très grandes et complexes intimement liées à la fraction minérale.

I.2.5. Matières organiques solubles

Dans le milieu naturel, les résidus végétaux et l'humus sont les principales sources de matières organiques dissoutes du sol (MOD) (Kalbitz et *al.*, 2000). La MOD issue de la litière ou d'amendements organiques représente la fraction labile disposant d'un rôle important dans le fonctionnement du sol en termes de flux de nutriment pour les plantes, de séquestration de carbone et de la qualité des eaux de ruissellement.

La forte dégradabilité permet aux MOD d'être considérées comme ressource trophique primaire des microorganismes dans le sol (Kalbitz et *al.*, 2003), suite à la mise en solution facile des carbohydrates et des composés aliphatiques dans le sol rhizosphérique. D'autre part, la libération de métabolites liée à l'activité biologique ou à la lyse des cellules de microorganismes, contribue aux flux de matières organiques solubles. La solubilisation des matières organiques à partir d'un compartiment organique ou un complexe organo-minéral est fonction des paramètres physiques et chimiques du sol. Dans la phase aqueuse, le pH et la force ionique déterminent la solubilité des matières organiques (Kalbitz et *al.*, 2000), tandis que la sorption et la désorption sont gouvernées par la force de complexation avec les oxydes de Fe et d'Al et les argiles (Kaiser et Guggenberger, 2000).

I.2.6. Composition chimiques des substances humiques

Les substances humiques (AH) présentent une composition élémentaire prédominée par le carbone et l'oxygène (tableau 10). Cependant, d'un point de vue comparatif les AH et les humines ont une composition semblable alors que les AF sont relativement pauvre en carbone

et en azote. La richesse en oxygène des AF (Chien et *al.*, 2003) est due aux teneurs élevées en groupements carboxyliques (COOH), 2 à 3 fois plus nombreux que chez les AH et les humines. Les groupes fonctionnels riches en oxygène sont les groupements carboxyles (COOH), hydroxyl (OH), carbonyle (C=O) et méthoxyle (O-CH₃). Les groupes carbonyles (C=O) sont plus nombreux dans les acides humiques et humines. Les hydroxydes phénoliques (-OH) et les méthoxyles, sont dans des proportions semblables dans les trois fractions.

Le pH des acides organiques est assez faible, l'acidité totale des AF est plus grande que celles des AH et de humine. Cette acidité et la capacité d'échange cationique sont principalement liées aux groupes carboxyliques (aromatiques et aliphaïtiques) et hydroxydes phénoliques. Chamayou et Legros (1986) notent que les énergies de liaisons des cations à l'humus sont faibles par rapport à celles établies avec les argiles. Ainsi, lorsque l'argile et l'humus sont en compétition c'est l'humus qui perd les cations (Ca⁺⁺, Mg⁺⁺, K⁺, ...).

Tableau 10. Composition élémentaire des acides humiques et des acides fulviques (Stevenson, 1994)

Elément	Acides Humiques (%)	Acides Fulviques (%)
Carbone	50 à 60	40 à 50
Oxygène	30 à 35	44 à 50
Hydrogène	4 à 6	No av
Azote	2 à 4	1 à 3
Soufre	0 à 2	0 à 2

I.2.7. Relation matières organiques-fraction minérale

Les matières organiques interagissent avec la fraction minérale (argiles et hydroxydes de Fer et d'Aluminium) du sol et forment une association organo-minérale importante pour l'agrégation et la stabilité de la structure. Cette association par des liaisons chimiques fortes protège les MOS de la dégradation biologique et qui deviennent inaccessibles aux microorganismes (Kalbitz et *al.*, 2005; Kaiser et Guggenberger, 2000). La liaison des substances organiques aux argiles se fait par l'intermédiaire de cations échangeables et par des liaisons hydrogènes et des complexes polyhydroxylés (Stevenson, 1994 ; Chamayou et Legros, 1989).

Les micro-organismes vivants du sol participent à l'incorporation dans le sol et l'association des matières organiques avec les argiles. Les mycéliums des champignons en envahissant le sol interviennent dans l'association des MO avec la fraction grossière des sols grâce à l'activité enzymatique et fongique. Ces diverses associations faisant participer les matières organiques ont un intérêt environnemental du fait qu'elles représentent aussi une fraction porteuse de contaminants organiques et métalliques.

I.2.8. Interaction matières organiques-métaux

L'application des boues sur les sols agricoles implique la reconstitution du stock de carbone ce qui induit des modifications notamment sur les formes chimiques des métaux présents dans le sol (Ahumada, et *al.*, 2004). En utilisant la procédure d'extraction séquentielle, Sposito et *al.*, (1982), trouvent que l'application de la boue résiduaire sur le sol augmente la teneur de la fraction portée par les matières organiques des métaux tels que le Cd, le Cu, le Pb, et le Zn.

Dans le cas des ETM apportés par les boues et les eaux, l'association matières organiques-métaux induit soit une immobilisation temporaire au sein du complexe argilo-humique du métal soit un transfert dans les horizons profonds. Selon les conditions de pH, les métaux à forte solubilité peuvent atteindre la nappe à la faveur des processus de chéluviation des colloïdes organo-métalliques. Le comportement des métaux dans le sol est influencé par le mode de complexation et l'affinité aux matières organiques dissoutes. Sur un sol contaminé Temminghoff et *al.*, (1997) ont observé une forte corrélation entre la mobilité du Cu et les acides humiques.

Les réactions de complexation des métaux avec les matières organiques sont rendues possibles grâce à des sites de liaisons spécifiques représentés par des groupements carboxyles R-COOH₂ phénol R-OH, amines R-NH₂ et thiols R-SH. L'ensemble de ces composés à forte capacité d'échange, sont chargés négativement en milieu neutre ou à pH>5 selon les groupements considérés, et sont donc très réactifs vis-à-vis des métaux.

L'analyse des interactions matières organiques-métaux, permet d'étudier les propriétés de complexation avec les matières organiques dissoutes. Il s'agit soit, de mesure de la concentration en métal ou également de mesure de la concentration en ligands libres ou complexés. Des tentatives ont été conduites par spectroscopie de fluorescence et UV-visible basée sur l'altération du signal de fluorescence suite à la sorption de métaux. Cependant la présence de sites de fluorophores qui ne complexent pas avec les métaux (Violleau, 1999), rend ces mesures peu précises. Du fait de cette possible complexation avec les métaux, les MOD peuvent affecter le comportement des ETM dans les sols et dans l'eau, par le biais de leurs spéciations et par conséquent leurs toxicités, leurs biodisponibilités et leurs mobilités (Merdy et *al.*, 2009).

Certains métaux comme le Cu, le Zn et le Pb (tableau 11) ont une forte capacité de complexation ou d'affinité avec les fractions de matières organiques et de composés minéraux (Ross, 1994), qui est à l'origine des processus de concurrence et d'antagonisme dans la dynamique des échanges dans le sol. Cela a pour conséquence, la perturbation du cycle de dégradation des

matières organiques, l'appauvrissement de la solution du sol, l'élévation du flux de transfert des polluants vers la faune et la flore et également l'accentuation du risque de contamination de la chaîne trophique.

Tableau 11. Affinité des ETM pour les constituants du sol (Ross, 1994).

Matériel	Séquence d'affinité
Oxyde Al, amorphe -----	Cu > Pb > Zn > Ni > Co > Cd
Oxyde Fe, amorphe -----	Pb > Cu > Zn > Ni > Cd > Co
Goethite (FeOOH) -----	Cu > Pb > Zn > Cd
Hématite -----	Pb > Cu > Zn > Co > Ni > Cd > Mn
Oxyde Mn -----	Cu > Pb > Mn= Co > Zn > Ni
Acides Fulviques (pH5) -----	Cu > Pb > Zn
Acides Humiques (pH4-6) -----	Cu > Pb >> Cd > Zn

Le comportement et le devenir (biodisponibilité et mobilité) des métaux dans l'environnement est fonction de leurs constante de stabilité et de leur complexation (Buffle, 1988). Les apports de matières organiques, notamment les boues de station d'épuration impliquent certes une reconstitution du stock de carbone des sols. Par ailleurs, les substances humiques générées agissent en tant que ligands sur les métaux, modifiant leur spéciation, leur dynamique et leurs impacts en tant que contaminants ou polluants dans l'environnement (Merdy et *al.*, 2002 ; Ahumada, et *al.*, 2004 ; Sharma et *al.*, 2003).

La croissance des plantes sur les sols contaminés en Zinc, apporté par les boues n'est pas affectée grâce à la réduction de sa disponibilité par sorption sur l'horizon organique (Marquenie et *al.*, 1981). De même, l'étude de la toxicité du Zn sous différentes conditions de pH du sol, montre que la proportion de désorption de Zn décroît avec l'augmentation de teneur en matière organique suite à un épandage de boues résiduelles (McGrath, 1987). Les propriétés physicochimiques sont importantes en tant que facteurs gouvernant la distribution et la disponibilité du Fe, Mn, Cu et Zn dans les sols (Yi et *al.*, 2012).

L'application de l'extraction séquentielle sur divers sols indique que la fraction labile des éléments traces métalliques (Mn, Ni, Fe, Zn, Pb, Cr, Cd) est en partie portée par les matières organiques du sol. Plusieurs auteurs affirment que le principal paramètre du sol du devenir des micronutriments c'est la teneur en carbone organique (Bassirani et *al.*, 2011; Yadav, 2011).

I.2.9. Conclusion.

Les matières organiques sont une composante importante dans le fonctionnement naturel du sol, sous forme particulaire ou soluble, labile ou récalcitrante, elles influent sur ses propriétés physiques chimiques et biologiques. Leur rôle est primordial en termes de productivité et des effets multiples générés, via les éléments nutritifs fournis aux plantes et l'amélioration des conditions physiques (structure, rétention en eau) et biologiques (croissance et biodiversité des communautés microbiennes).

Dans le domaine environnemental, les MOS interviennent par leurs capacités à limiter la migration de divers polluants minéraux et organiques et à réduire leurs biodisponibilités. Le comportement des métaux dans le sol est influencé par le mode de complexation et d'affinité aux matières organiques présentes dans le sol. L'application des boues sur les sols agricoles implique l'augmentation de la teneur de la fraction des métaux (tels que Cd, Cu, Pb, et Zn) portée par les matières organiques (fraction oxydables). Les substances humiques générées agissent en tant que ligands sur les métaux, modifiant leur spéciation, leur dynamique et leurs impacts environnementaux.

L'amélioration du stock de carbone, par les apports de boues, d'eaux usées, de fumier ou de compost, contribue à limiter les phénomènes de dégradation des terres et la chute des rendements des cultures en milieu méditerranéen. Cependant, selon la concentration et la spéciation des ETM, ainsi que la vitesse de décomposition des matières organiques, ces amendements constituent à terme une source de pollution des sols agricoles.

I.3. Eléments Traces Métalliques (ETM) dans le sol

I.3.1. Introduction

Le travail de synthèse abordé dans cette partie a pour but de donner un aperçu sur l'origine, les caractéristiques, la spéciation et la biodisponibilité des ETM étudiés (Ag, Cd, Co, Cr, Cu, Pb, Ni, Ti et Zn). Bien que le risque de contamination métallique puisse provenir aussi des dépositions atmosphériques et influencer significativement la vie des plantes (Kabata-Pendias, 2011 ; Alloway et Ayres, 1993), nous restons focaliser sur les apports éventuels associés à l'activité agricole et particulièrement induit par la valorisation des boues résiduares et des eaux usées.

Les termes utilisés pour désigner les éléments chimiques à risques (environnemental et/ou sanitaire) ne reflètent pas de façon satisfaisante toutes leurs caractéristiques (nature, rôle ou propriétés chimiques). Métaux lourds, éléments traces métalliques, microéléments, et contaminants, sont autant de termes utilisés faisant référence soit à la nature, le rôle, les propriétés chimiques, l'impact environnemental, aux effets sanitaires, etc. Ces éléments (près de 80) sont des constituants de la croûte terrestre, dont la concentration est inférieure à 0,1%. Les ETM peuvent être des métaux (Pb, Zn, Cu, Cr), des métalloïdes (As, B, Se) ou des non métaux (N, F, Cl, Br) (Baize, 1997).

Le terme de « métaux lourds » est une appellation courante qui n'a ni fondement scientifique, ni application juridique (Miquel, 2001). La notion de "métaux lourds", désigne les éléments métalliques naturels, métaux ou dans certains cas métalloïdes, dont la masse volumique est supérieure à 4,5 g.cm⁻³. Cette définition regroupe quarante et un métaux et cinq métalloïdes (Ge, As, Sb, Te et Po). Par conséquent, cette approche ne cadre pas entièrement le caractère toxique des éléments à risques environnemental, car certains métaux toxiques ne sont pas particulièrement lourds comme le zinc et de même certains éléments toxiques ne sont pas tous des métaux, l'Arsenic par exemple. En raison, de ses ambiguïtés, certains scientifiques préfèrent utiliser la notion de "Eléments en Traces Métalliques" (Baize, 1997 ; Hirose, 2006). Ces éléments sont également désignés sous le terme "Eléments potentiellement Toxiques" lorsqu'ils sont définis dans l'absolu, c'est-à-dire sans référence explicite de la cible pour laquelle ils présentent une toxicité (Chassin et al., 1996).

I.3.2. Origine des ETM

I.3.2.1 Sources naturelles

D'où viennent les ETM présents dans les sols ? Cette question est primordiale car la ciconscription des sources de contamination constitue une étape cruciale de règlement de cette contrainte environnementale. Les métaux sont naturellement inclus dans la structure cristalline des minéraux primaires des roches ; à titre d'exemple les oxydes (Magnétite Fe_3O_4), les hydroxydes (Gibbsite $Al(OH)_3$), les carbonates (Malachite $Cu_2CO_3(OH)_2$), les sulfures (Marcassite FeS_2), le Nickel (serpentine). Plusieurs mécanismes expliquent la présence d'ETM dans les sols agricoles. D'abord certains métaux peuvent être adsorbés sur la surface des minéraux où ils sont soumis à un échange chimique entre les différents compartiments du sol. L'érosion et l'altération des roches sont des mécanismes physicochimiques d'approvisionnement (fond géochimique) ou qui déploient ces éléments dans les bassins de sédimentation (lacs, rivières, barrages, etc.). D'autres phénomènes naturels exceptionnels, comme l'activité volcanique, constituent également une source par les dépôts de poussières sur les sols. En effet, lors de l'éruption du 14 juin 1991, le Mont Pinatubo a libéré 600 000 tonnes de cuivre, 800 000 T de zinc et 100 000 T de plomb. De ce fait, dans la qualité en métaux des sols, il est important de distinguer la part exogène (par contamination) des teneurs naturelles ou fond géochimique qui sont fonction de la nature de la roche mère, des processus pédo-biogéochimiques et des évènements géologiques.

I.3.2.2. Sources anthropiques

La formation du sol constitue la source initiale, mais certains ETM sont aussi libérés dans l'environnement en grande quantité par les activités humaines agricoles et industrielles, la production d'énergie (la combustion, les énergies fossiles), l'industrie agro-alimentaire et les amendements organiques des sols (déchets urbains, boues résiduaire, eaux usées et déchets industriels) (Adriano, 1986 ; Ross, 1994 ; Alloway et Ayres, 1993 ; Kabata-Pendias, 2011).

La pollution engendrée peut-être diffuse (le trafic automobile et les activités industrielles émettent de fines particules métalliques dans l'atmosphère) ou ponctuelle c'est-à-dire avec une origine bien identifiée et circonscrite. Les principales sources ponctuelles en milieu agricole correspondent aux rejets industriels miniers, aux déchets urbains, aux traitements phytosanitaires, aux engrais minéraux, aux épandages de boues et à l'irrigation avec les eaux usées.

I.3.3. Spéciation et impacts environnementaux

La spéciation d'un métal dans le sol ou la boue est définie comme étant l'ensemble des formes (espèces) chimiques (libre ou complexée) sous lesquelles il peut être présent. Les facteurs d'association (ligands organique ou inorganiques) disponibles dans le sol gouvernent la spéciation par la formation de complexes plus ou moins stables et conditionnent la mobilité et la biodisponibilité. Une forte concentration totale d'un métal dans un sol agricole n'est pas forcément synonyme d'un fort risque de libération et par conséquent d'une forte disponibilité pour les êtres vivants (animaux et végétaux) ou d'un transfert vers les aquifères. L'appréciation de l'impact des ETM présents dans les sols, sur la base de teneurs totales, est considérée comme insuffisante pour pouvoir caractériser leur biodisponibilité et leur toxicité.

L'impact environnemental et la mobilité des métaux sont fonction de la concentration et de la spéciation (Baize, 1997 ; Ma et Rao 1997). Cette teneur totale est répartie sur divers sites chimiques, exprimant les différentes formes ou état chimiques : libre dans la solution du sol ou lié à des composés spécifiques (oxydes de Fe et Mn, les matières organiques ou les minéraux primaires (Gleyzes et *al.*, 2002 ; Su et Wong, 2003).

La migration et la spéciation des métaux dans un sol soumis à des épandages de boues de station d'épuration à très forte charge en Cd et Ni est fonction des formes chimiques, leurs interactions avec les différents constituants du sol (argiles, oxy-hydroxydes, carbonates, phosphates et matières organiques) déterminent leur biodisponibilité pour les végétaux ainsi que leur mobilité dans le sol (Zufiaurre et *al.*, 1998). La forme ionique libre apportée par l'eau d'irrigation (Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} , etc.) est très réactive, avec les espèces neutres qui sont plus facilement assimilables par les organismes vivants et les plantes. La détermination correcte de la spéciation et des constantes de complexations thermodynamiques sont indispensables pour prédire le devenir des ETM en fonction des changements des paramètres physicochimiques dans le sol (Scancar, et *al.*, 2001 ; Buffle, 1988).

Les changements, naturel ou anthropique, de l'environnement induisent une grande influence sur le comportement des ETM à travers les mutations dans les associations chimiques déjà en place entre éléments. Ce type de changement est lié au pH, à la température, au potentiel d'oxydoréduction, à la décomposition de la matière organique, au lessivage, aux processus d'échanges et à l'activité microbienne (Filgueiras, et *al.*, 2002). D'un point de vue pratique, la force d'adhésion d'une fraction de la quantité totale traduit la biodisponibilité du métal en fonction de l'évolution des propriétés du sol, donc du temps. Ainsi, la fraction échangeable correspond à la forme chimique du métal la plus disponible à l'absorption des plantes et qui est

libérée suite à de simples échanges ioniques dans le milieu sur le court terme. La teneur en métal liée aux oxydes (Fe et de Mn) et les matières organiques peut être mobilisée suite à une élévation ou une diminution des conditions d’oxydo-réduction dans le sol. Enfin, la fraction résiduelle associée aux argiles et aux minéraux primaires ne peut être mobilisée que suite à l’action de processus géochimiques d’altération des roches qui participent aussi à la formation à long termes du sol.

I.3.4. Les Eléments Traces Métalliques étudiés

I.3.4.1 L’Argent (Ag)

I.3.4.1.1. Caractéristiques générales

L’argent se trouve à une concentration moyenne de 0,06 mg.kg⁻¹ dans la croûte terrestre. Il dispose de caractéristiques géochimiques similaires au cuivre mais avec une concentration 1000 fois inférieure (Kabata-Pendias, 2011). L’Ag est utilisé sous forme de traces dans les batteries notamment sous forme d’alliages Ag-Zn ou Ag-Cd, et dans certains procédés de photographie. Actuellement, dans les processus de confectionnement de tissus de vêtements, l’Ag est incorporé sous formes de nanoparticules pour ses qualités bactéricides. L’ensemble de ces pratiques influencent la concentration en Ag des rejets d’eaux usées ainsi que la composition des boues d’épuration (tableau 12).

Tableau 12. Concentrations totales (mg.kg⁻¹) des ETM dans les boues résiduaires (Mulchandani *et al.*, 2016).

	Allemagne	Japan	Inde	Afrique du Sud	USA
Ag	9,1	13,8	/	0,2-21,9	14
Cd	2,7	6,6	/	18- 171,9	1,7
Co	20,7	90,6	/	/	4,6
Cr	160	226	325	37,0 - 134,5	35
Cu	585	2838	57	80,8 - 626,0	468
Ni	73,8	213	15	8,9 - 51,4	24
Pb	117	547	171	17,9 - 171,8	49
Ti	4000	401	770	/	87
Zn	2534	2276	211	303,8 - 1732	803

En tant que métal précieux, l’Ag est très peu cité dans les bulletins d’analyse des eaux ou des sédiments. Dans les réglementations, certains métaux restent encore sans régulation précise tels que les métaux précieux (Au, Pt, Pd, Te, Bi, Sb, In, Pt, Pd, Rh) largement utilisés dans les composés électroniques, chimie pétrolière, l’industrie du verre, du bijou, etc. En outre, la récente percée de la nanotechnologie a conduit à l’incorporation de plusieurs métaux dans les aliments, les cosmétiques (Ag, TiO₂, Si, Pt), les textiles (Ag), et la médecine (Au, Si). Toutefois des pays comme les USA, le Japon, l’Allemagne, l’Inde et l’Afrique du Sud disposent d’une

caractérisation détaillée des boues résiduaires et contrôlent non seulement les teneurs en métaux mais aussi de certaines substances médicamenteuses et des drogues (Mulchandani et al., 2016).

I.3.4.1.2. Spéciation de l’Ag dans le sol

Les formes chimiques simples de l’Ag dans le sol sont fréquemment Ag^+ , Ag^{2+} , et AgO^+ ; il peut se présenter aussi sous forme de complexes anioniques tels que : $AgCl^{2-}$, $AgCl_3^{2-}$, $Ag(SO_4)_2^{3-}$. Ag peut s’associer avec le Fe et le Pb, et disposer d’une forte affinité avec le MnO_2 constituant une fraction d’adsorption importante et stable dans les sols (Kabata-Pendias, 2011). La complexation avec les chlorures et les sulfates aboutit à des composés peu solubles (Cappel, 1997). La mobilité du Ag dans le sol est principalement déterminée par les conditions de potentiel d’oxydo-réduction, de pH et des matières organiques du sol. Près de 50% de la teneur totale en Ag du sol est dans des formes de spéciation peu biodisponibles, donc portée par la fraction résiduelle du sol (Kabata-Pendias, 2011), ce qui est un avantage en termes de contrainte environnementale si l’Ag vient à être apporté par les EUE et/ou les BRU.

I.3.4.2. Le Cadmium (Cd)

I.3.4.2.1 Caractéristiques générales du Cd

L’abondance naturelle du Cadmium dans l’écorce terrestre est de 0,11 mg.kg⁻¹. Il est associé au Zinc et au Mercure et dans une moindre mesure au cuivre et au plomb. Dans la nature on le trouve sous forme de cristaux principalement dans les minerais de Greenockite, d’Hawleyite, d’Otavite, de Montéponite, et de Cadmosélite. Dans les gisements de Sphalérite et Calamine le Zinc et le Cd sont présents dans des proportions allant de 0,1 à 0,5%. La présence de Cd dans les roches sédimentaires participe dans la composition des sols agricoles des plaines alluviales et des eaux des aquifères. Comme c’est le cas de plusieurs autres métaux, le Cd a un caractère ubiquitaire, il se retrouve dans les eaux marines, l’air et les eaux superficielles (tableau 13).

Tableau 13. Concentration en Cd dans différents milieux (Bissou et al., 2011)

Milieux	Concentrations
Air	<1 ng.m ⁻³ à 5 ng.m ⁻³
Océans	< 1 ng.L ⁻¹
Sols	
- Limoneux	< 0,1 mg.kg ⁻¹
- Argileux	< 0,2 mg.kg ⁻¹

Les concentrations normales en Cd dans les sols sont de l’ordre de 0,06 à 1,1 mg.kg⁻¹ (Alloway, 1995), mais peuvent atteindre 100mg.kg⁻¹ dans les sols contaminés soit de façon naturelle par une roche mère riche en Cd ou bien une activité anthropique. Les sources d’approvisionnement

dans les sols cultivés sont essentiellement liées aux apports d’engrais minéraux de types superphosphates, de déchets urbains (Alloway, 1995 ; Nicholson et *al.*, 2003) et des dépositions atmosphériques (Alloway et *al.*, 2000 ; Miquel, 2001). Dans les sols d’Europe, les fortes concentrations de Zn, Ni, Cd et Cr sont issues des dépositions atmosphériques. Les taux provenant des retombées atmosphériques en Italie sont souvent supérieures à la moyenne européenne. Dans le cas du Cu et Pb les dépositions en Angleterre sont plus importantes que les moyennes européennes mais semblables à celles de l’Allemagne et de l’Italie (tableau 14). Les retombées qui atteignent la végétation peuvent rester accrochées aux feuilles et aux fruits et être absorbées par la plante ou bien être lessivées par les pluies et contribuer à l’augmentation des concentrations au sein du sol.

Le fumier de ferme, le lisier de porc, les déchets ménagers, les boues urbaines, les boues d’épuration industrielles et les engrais sont des sources importantes d’ETM (tableau 15), en Angleterre et le pays de Galles. Les engrais phosphatés sont reconnus comme le plus grand fournisseur de Cd, de Zn et de Cr suite à la fertilisation des sols agricoles.

Tableau 14. Taux (g/ha/an) de déposition atmosphériques, (Alloway et *al.*, (2000).

	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
Angleterre et pays de Galles	221	57	16	54	1,9	7,5
Belgique	62	7	2,5	24	< 0,1	nd
Allemagne	540	53	11	57,2	2,5	7
Italie	289	60	35	58,1	3,3	45,6
Suisse	119	18	11	28	0,8	3,7
Europe (moyenne)	227	34	10	38	1,9	9,3

Tableau 15. Concentrations en ETM des matières fertilisantes agricoles (mg.kg⁻¹ de MS), (Nicholson et *al.*, (2003).

Matières	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
Boues résiduaires	802	565	59	221	3,4	163
Fumier de ferme						
Fumier de bovin	1,74	45	6	7	0,3	6
Lisier de porc	0,27	470	14	8	0,4	7
Litière d’élevage	0,3	90	10	9	1,3	5,7
Engrais minéraux						
Azote	14	10	1,4	4,6	0,9	3,4
Phosphates	654	94	63	10,5	30,6	319
Potasse	8	6	0,8	2,7	0,5	2
Chaux	11	2	5,1	2	0,3	6
Déchets industriels						
Boues de papeterie	64	59	4,7	2,1	< 2,1	6,9
Résidus alimentaires	110	26	0,1	< 22	< 6	< 22
Déchets du textile	276	253	3,2	13	< 7	8
Compost	75	25	10	65	0,7	50

I.3.4.2.2 Spéciation du Cd dans le sol

A l'état soluble, le Cd se trouve très souvent sous forme de cations bivalents Cd^{2+} , il a tendance à former des liaisons covalentes, avec les sulfates ($CdSO_4$), les chlorures ($CdCl_2$) et les carbonates. Le pH est le facteur qui régit de façon importante la solubilité du Cd dans les sols (Almas et *al.*, 1999). Dans les sols sableux riches en matières organiques, entre le pH 4 et 7,7, l'adsorption du Cd sur la phase solide est multipliée par 3 quand le pH augmente d'une unité (Adriano, 2001). La grande affinité du Cd avec la calcite représente un processus rendant le Cd moins soluble par précipitation et limitant le transfert vers les plantes dans les sols calcaires bien représentés en milieux méditerranéens.

Les constituants du sol régissant la mobilité du Cd sont principalement la matière organique et les argiles. Les résultats de l'adsorption du Cd sur trois types d'argiles donne l'ordre d'adsorption décroissant suivant : Smectite > illite > kaolinite (Pandeya et *al.*, 1998).

Le transfert vers la plante du Cd a été constaté pour toutes les espèces cultivées. Dans la rhizosphère, l'activité racinaire des plantes induit une baisse du pH par la sécrétion d'acides organiques et de protons, favorisant la solubilité et l'acheminement des métaux vers la plante. Les effets des micro-organismes (bactéries, champignons) sur la disponibilité du Cd sont essentiellement des processus indirects dus aux accumulations passives (biosorption) ou actives (bioaccumulation), de complexation aux molécules organiques et de dissolution acide par voie microbienne. L'adsorption du Cd par un champignon mycorhizien et la biosorption des bactéries constituent un moyen de limitation que les micro-organismes peuvent jouer vis-à-vis du transfert du Cd vers les plantes (Mullen et *al.*, 1992).

I.3.4.3. Le Chrome (Cr).

I.3.4.3.1. Caractéristiques générales du Cr.

Le chrome est communément présent dans les roches, les tissus végétaux et animaux, les gaz et les laves volcaniques. Le principal minéral de chrome est la chromite ($FeCr_2O_4$), les roches magmatiques ultrabasiqes (Serpentinites et Périodites) présentent des teneurs en chrome de l'ordre de 1500 à 3000 $mg.kg^{-1}$ (Baize, 1997) alors que les roches acides (granites) ont des teneurs inférieures à 50 $mg.kg^{-1}$ (Kabata-Pendias, 2011). Les oxydes de Fe fournissent des sites privilégiés pour la séquestration du Cr libéré lors de l'altération des minéraux primaires. Dans les sols, les argiles telles que les smectites et les vermiculites peuvent associer le Cr en position octaédrique (Oze et *al.*, 2004) et les concentrations sont en moyenne de 200 $mg.kg^{-1}$ et peuvent dépasser 125 $g.kg^{-1}$ dans les sols ultramafiques (Shanker et *al.*, 2005 ; Adriano, 2001).

Les principales sources de Chrome incorporé aux sols agricoles proviennent essentiellement des activités de prospection minière, de traitement du bois, de métallurgie, de chimie (catalyseur) et d'industrie (tannerie, chromage). Le Cr est utilisé dans l'industrie agroalimentaire pour la synthèse de la vitamine K (dichromate de sodium), des couvercles de boîtes de conserve, l'habillage intérieur des chaudières et des fours fonctionnant à haute température.

Les réseaux d'assainissements unitaires ont pour conséquence la contamination des eaux usées domestiques par le Cr issu des déversements incontrôlés ou des rejets de la petite industrie associée au tissu urbain. Ainsi les BRU constituent également un réceptacle de la pollution substantielle de Cr susceptible d'être incorporée aux sols lors des épandages et des irrigations (tableau 15). Les effluents domestiques et industriels contiennent du Cr sous forme de Cr (VI) entièrement dissout. En présence de forte teneur en matières organiques en suspension, le Cr (VI) est réduit en Cr(III) et adsorbé sur les matières particulaires en suspension, dans la gamme de pH typique pour les sols et les eaux naturelles (Shanker et *al.*, 2005).

Pour réduire les concentrations et la dangerosité du Cr dans les BRU, il est fait appel à des techniques de traitements conventionnelles telles que la coagulation, la précipitation chimique, l'échange d'ions, les filtres membranaires, l'électrolyse et l'électrodialyse (Chen et *al.*, 2015).

Le Cr était longtemps écarté des listes de surveillance d'éléments métalliques, en raison essentiellement de la faible toxicité de sa forme trivalente plutôt que la forme hexavalente et du fait aussi que les concentrations cumulées dans les sols ne montrent pas de toxicités particulières aux plantes. L'abondance des données d'analyses détaillées relatives à d'autres métaux dans les boues résiduaires a permis d'élargir la liste des métaux à surveiller et de fixer des limites tels qu'aux USA à partir de 1995 où sept métaux en plus du Cr (As, Ba, Cd, Pb, Hg, Se, Ag) étaient désormais concernés par le processus de « monitoring » de USEPA.

I.3.4.3.2. Spéciation du Cr dans le sol

Les deux formes du Cr, les plus courantes dans l'environnement, ont une toxicité et des propriétés chimiques différentes. Dans les sols, le Cr(III) est peu mobile et peu disponible, étant donné sa faible solubilité et sa tendance à être retenu à la surface des solides (Oze et *al.*, 2004). Le Cr(VI) (les chromates et les dichromates) est un oxy-anion fortement toxique c'est un puissant oxydant qui présente des toxicités à l'inhalation, l'ingestion et l'exposition cutanée.

Dudka et *al.* (1993) ont montré que les MO apportées par la boue au sol (limono-sableux de pH=6,1) ont induit des variations significatives dans la spéciation du Cr : la fraction échangeable passe de 8 à 52%, et la fraction oxydable passe de 9 à 31% de la teneur totale en

Cr. La réduction de Cr(VI) en Cr(III) est possible en présence de matières organiques, de Fe(II) et de sulfites (Shanker et *al.*, 2005 ; Fendorf, 1995). En présence de composés organiques, le Cr(III) peut former des complexes organiques solubles, pouvant augmenter sa disponibilité et sa mobilité au sein des sols.

La mobilité du Cr est intimement liée à son état d'oxydation et de possibilités de complexation avec des composés du sol qu'il soit minéral ou organique. Sa forme anionique présente une faible affinité pour les charges négatives des colloïdes du sol (Laborga et *al.*, 2007 ; Fendorf, 1995). De tous les composés du sol, les matières organiques semblent jouer un rôle important dans la disponibilité et la nature des formes ioniques du chrome présentes dans le sol. La forme Cr(III) (oxydes, hydroxydes ou sulfates) prédomine sous forme organo-métallique soluble lorsqu'il est associé aux acides humiques ou fulviques (Laborga et *al.*, 2007). Par ailleurs, dans les boues le Cr présente un modèle de spéciation assez variable en fonction de la source et du processus d'épuration utilisé. En effet, Yang et *al.*, (2017) observent que dans certaines boues le Cr est entièrement porté sur la fraction résiduelle, alors que sur d'autres il est à 65 et 44% porté sur la fraction oxydable. Par contre, durant la mise en décharge des boues, le Cr a une spéciation prédominée par les fractions résiduelle (37 à 40%) et oxydable (43 à 45%) (Yang et *al.*, 2017), mais les boues séchées présentent une distribution de la teneur totale en Cr dominée par la fraction oxydable suivie de la fraction résiduelle (Lasheen et Ammar, 2009 ; walter et *al.*, 2006 ; Zufiaurre et *al.*, 1998).

A des pH légèrement neutre, le Cr ainsi adsorbé est susceptible d'être déplacé par des anions comme les phosphates et transporté par l'eau de percolation, limitant ainsi son séjour dans l'horizon pédologique superficiel.

I.3.4.4. Le Nickel (Ni)

I.3.4.4.1. Caractéristiques générales du Ni

La teneur moyenne en Ni dans la croûte terrestre est de 20mg.kg⁻¹. Dans les roches ultramafiques la concentration en Ni est plus importante, elle varie entre 1,4 et 2g.kg⁻¹, contrairement aux roches sédimentaires qui présentent 5 à 90mg.kg⁻¹ (Kabata-Pendias, 2011). Le Ni dans les sols non-contaminés résulte de l'altération de la roche mère contenant de la chalcopyrite, pentlandite, garniérite et de la serpentine. Les processus d'altération conduisent à une co-précipitation importante du Ni avec les oxydes de Fe et Mn et rentre dans la composition des argiles telles que la goethite, ainsi que d'autres minéraux riches en fer (Kabata-Pendias, 2011).

La teneur en Ni dans les sols cultivés est fonction de la nature du matériau parental et des apports anthropogéniques dus aux activités agricoles et industrielles. Les concentrations enregistrées dans les sols selon Kabata-Pendias, (2011) varient de 3240 au Japon à 34 mg.kg⁻¹ dans les chernozems de Russie, alors que la teneur acceptée est de 50mg.kg⁻¹. L'apport de nickel est essentiellement lié aux retombées atmosphériques issues de la combustion de charbon ou de fuel, l'incinération de déchets, l'épandage des déchets urbains et les boues des stations d'épuration (Bisson et al, 2006).

Les domaines d'utilisation du Nickel sont nombreux et représentent des sources de pollutions de l'eau, de l'air et du sol (tableau 16). Le nickel est utilisé dans l'industrie sous forme d'alliages et d'aciers inoxydables (associé au cuivre, au fer et au manganèse), dans les batteries nickel-cadmium comme catalyseur dans d'hydrogénation et dans la fabrication de pigments minéraux pour métaux et céramiques.

Tableau 16. Concentrations du Nickel dans différents milieux (Bisson et al., 2006).

Milieux	Concentration (Ni)
Air	< 3ng.m ⁻³
Eau	
- douce de superficielle	< 10 µg.L ⁻¹
- de mer	< 510 µg.L ⁻¹
- de pluie	< 110 µg.L ⁻¹
Sol	20 mg.kg ⁻¹
Sédiment	< 20 mg.kg ⁻¹

I.3.4.4.2. Spéciation du Ni dans le sol

Les conditions physico-chimiques et la teneur en matières organiques des sols, sont des paramètres essentiels à considérer afin d'évaluer le comportement du Ni dans l'environnement. Les principales formes chimiques du nickel, en particulier NiOH⁻, sont adsorbées à la surface d'oxydes amorphes de fer, d'aluminium ou de manganèse (Kabata-Pendias, 2011) et dans une moindre mesure, à la surface de minéraux argileux. Généralement, la mobilité du Ni est inversement proportionnelle au pH. Siebielec et al., (2007), observent une forte diminution de disponibilité du Ni au-dessus d'un pH de 6,5. Basta et al., (2005) montrent que l'adsorption du Ni sur les oxydes de fer augmente de près de 75 fois quand le pH passe du sol pH 5 to pH 7. Le Ni porté par les oxydes de fer (goethite, hématite), hydroxyde de fer et de manganèse, peut être libéré suite à leur dissolution en condition d'hydromorphie (baisse du Eh) ou l'activité de micro-organismes par solubilisation du Ni piégé dans les oxydes de fer et de manganèse.

Dans les sols limono-sableux le Nickel présente une faible mobilité, il est principalement porté à 50% par la fraction résiduelle (Zhang et *al.*, 2004). Lena et Gade (1997), confirment que dans les sols pollués le Ni comme d'autres métaux tels que le Zn, le Cu et le Cd, est porté par la fraction résiduelle (minéraux primaires et argiles) dans une proportion allant de 57 à 94%. Cependant dans les horizons superficiels, le Ni est fortement complexé aux matières organiques du sol, limitant ainsi sa mobilité et sa biodisponibilité.

Dans les BRU les teneurs totales en Ni peuvent varier de 9 à 52mg.kg⁻¹ (Mulchandani et *al.*, 2016), de 20 à 37mg.kg⁻¹ (Walter et *al.*, 2006), de 116 à 376mg.kg⁻¹ (Zufiaurre et *al.*, 1998) et de 10 à 2180mg.kg⁻¹ (Yang et *al.*, 2017). Cette forte variation est le résultat de plusieurs facteurs liés au développement des villes, au type d'industries connectées au réseau d'égouts et à la gestion globale des déchets (Alloway et *al.* (2000). Dans la boue, la spéciation est forte avec les fractions échangeables et réductibles, mais dans certains cas, Ni dispose d'une forte affinité avec la fraction résiduelle pouvant atteindre 87% de la teneur totale (Yang, et 2017). Walter et *al.*, (2006) trouvent que 80% de la teneur totale est porté par les matières organiques et la fraction résiduelle, alors que pour Zufiaurre et *al.*, (1998) le Ni est porté par toutes les fractions à des proportion semblables.

Les composés anioniques des sécrétions racinaires et les modifications de pH du sol rhizosphérique induisent une diminution de l'adsorption du Ni, et augmentent ainsi sa biodisponibilité. L'augmentation de la teneur en Ni affecte la croissance, la photosynthèse et la nutrition minérale (Na, K, Ca) de la culture d'haricot (Ahmad et *al.*, 2007).

I.3.4.5. Le Cuivre (Cu)

I.3.4.5.1. Caractéristiques générales du Cu

La concentration du cuivre dans la croûte terrestre est comprise entre 25 et 75 mg.kg⁻¹ (Kabata-Pendias, 2011). Très abondant dans les roches ignées, le Cu est communément lié au minéraux tels que : chalcopryrite (CuFeS₂), bornite (Cu₅FeS₄), malachite (Cu₂CO₃(OH)₂) et l'azurite (Cu₂(CO₃)₂(OH)₂). Les propriétés versatiles du Cu font que ce métal trouve de larges champs d'applications : industrie électrique et électronique, agriculture (engrais et pesticides), nutrition animale, etc.

Les amendements organiques (boues de stations d'épurations, fumier de ferme, lisier) sont à l'origine de la contamination diffuse en Cu des sols (Adriano 2001). Cependant, la plus répandue est liée à l'application de fongicides à base de Cu sur les cultures, principalement en viticulture et en arboriculture. Suite à l'application du fongicide à base de sulfate de cuivre (bouillie Bordelaise) durant une centaine d'année, les teneurs en Cu des couches superficielles

du sol de vignoble en France atteignent 280 à 845 mg.kg⁻¹ et des niveaux de contamination 10 fois supérieurs au fond pédogéochimique ont été rapportés dans la majorité des régions viticoles françaises (Baize et *al.* 2007). Des sources de diverses natures telles que les engrais, les boues urbaines, les fumiers, les lisiers, les déchets industriels et les eaux d'irrigation contribuent à l'augmentation des concentrations en Cu des sols agricoles. Dans le tableau 15, Nicholson et *al.*, (2003), montrent que les sources les plus importantes sont les boues, le lisier et les déchets de l'industrie du textile avec respectivement 565, 470 et 253 mg.kg⁻¹ de MS. Les ajouts de cuivre et du zinc dans les rations animales sont aussi responsables des accumulations de ces mêmes métaux dans les sols (Giroux et *al.*, 2005) à des concentrations pouvant atteindre 90mg.kg⁻¹ au sein de la litière des animaux d'élevage (Nicholson et *al.*, 2003). Les analyses réalisées sur les boues urbaines montrent que la concentration totale du Cu est variable d'une agglomération à une autre : en Chine 452 à 469 mg.kg⁻¹ (Yang et *al.*, 2017) et de 67 à 160 mg.kg⁻¹ (Chen et *al.*, 2008), en Suisse 103 à 696 mg.kg⁻¹ (Mtshali et *al.*, 2014), en Espagne 202 à 242 mg.kg⁻¹ (Walter et *al.*, 2006). Les différences constatées sont fonction de la nature et de l'importance de l'activité industrielle ainsi que du type de réseau (unitaire ou séparatif).

I.3.4.5.1. Spéciation du Cu dans le sol

Sur le profil pédologique, la teneur en Cu est importante dans les premiers centimètres du sol, ceci est la conséquence de l'adsorption sur les matières organiques, les carbonates, les minéraux argileux et les oxyhydroxydes de Fe et de Mn. À l'échelle régionale, le matériel parental et les processus de formation du sol, contrôlent le statut du Cu. Ainsi, la fraction argileuse contribue de façon significative dans la teneur en cuivre des sols (Kabata-Pendias, 2011). Le Cu présente une forte affinité de complexation avec les substances organiques (Logan et *al.*, 1997 ; Sauvé et *al.* 1997 ; Temminghoff et *al.*, 1997), le maximum de Cu qui peut être complexé avec les AH et les AF est proportionnel aux groupements fonctionnels disponibles et la spéciation de Cu est dominée par les complexes organométalliques très stables.

Le Cu peut se présenter sous forme de cations Cu²⁺, CuOH⁺, Cu₂(OH)₂²⁺ ou d'anions Cu(OH)³⁻, Cu(OH)₄²⁻, and Cu(CO₃)₂²⁻, (Kabata-Pendias, 2011), la prédominance de l'une ou l'autre des formes chimiques est fonction du pH. La mobilité, la phytodisponibilité et la toxicité du Cu sont influencées par la forme chimique (Allen, 1993), mais la concentration totale en Cu des sols influence également l'activité de Cu²⁺ à l'état libre dans la solution du sol (Vulkan et *al.* 2000). Le cuivre libre en solution dans le sol (Cu²⁺) peut se complexer avec les ligands inorganiques et organiques et également avec les différents constituants de la phase solide par des phénomènes d'adsorption et de précipitation (figure 7).

En revanche, dans les boues urbaines la distribution sur les phases porteuses montre qu'une large concentration de Cu est de faible mobilité. Plusieurs auteurs rapportent qu'un pourcentage relativement important de Cu est associé avec les matières organiques et la fraction minérale dans les boues stabilisées ou non (Chen *et al.*, 2008 ; Walter *et al.*, 2006 ; Fuentes *et al.*, 2004; Zufiaurre *et al.*, 1998). Walter *et al.*, 2006) précise que la complexation avec les matières organique représente 79 à 82 % alors que le cuivre inclu dans la fraction minérale est de 13 à 24 % de la teneur totale.

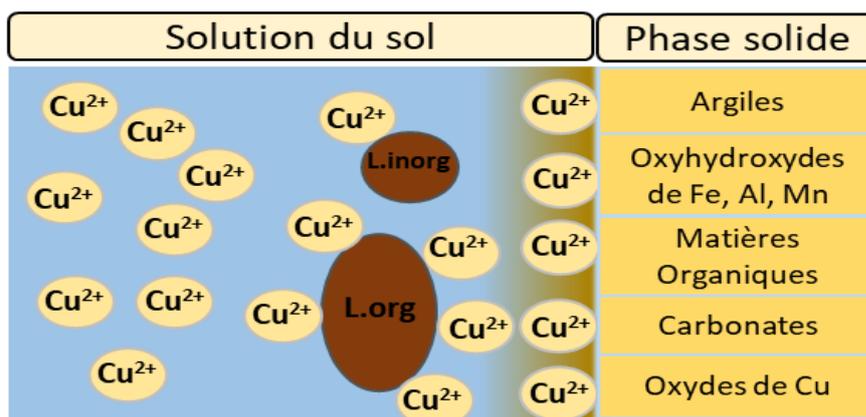


Figure 7. Phases porteuses du Cu dans le sol (Ross, 1994).

I.3.4.6. Le Plomb (Pb)

I.3.4.6.1. Caractéristiques générales du Pb

La concentration du plomb dans la croûte terrestre est d'environ 15 mg.kg⁻¹. Le Pb est présent naturellement à des teneurs moyennes de l'ordre de 15 à 20mg.kg⁻¹ dans les roches cristallines et de 7 à 20 mg.kg⁻¹ dans les roches sédimentaires. Il est communément présent dans les minéraux d'Anglesite, PbSO₄; de Cerussite, PbCO₃; de Minium, Pb₃O₄; de Pyromorphite, Pb₅(PO₄)₃Cl; et de Mimetesite, Pb₅(AsO₄)₃Cl (Kabata-Pendias, 2011).

Le Pb se trouve généralement à de faibles teneurs dans les sols, il provient de la roche mère suite aux processus pédologiques d'altération permettant sa libération et sa fixation sur les minéraux argileux, les hydroxydes, les carbonates et les matières organiques. Les dépôts continus issus des activités humaines, notamment les alliages à base d'antimoine, les soudures, les écrans protecteurs contre les RX et les pigments de peintures, conduisent à de fortes accumulations dans les différents compartiments de l'environnement notamment les horizons superficiels. Parmi les parcelles agricoles les plus exposées à la pollution par le Plomb, celles situées près des voies routières et en zones urbaines, qui sont continuellement approvisionnées par le trafic automobile. Comparé aux autres polluants, sa faible solubilité lui confère une forte

persistance dans le sol et des risques sanitaires importants : c'est ainsi qu'il est préconisé d'éliminer entièrement le Pb des carburants d'automobiles (Cristaldi et *al.*, 2017).

L'activité agricole constitue aussi une source de contamination des sols. L'apport des BRU représente la voie la plus importante comparativement à l'application des engrais minéraux, les fumiers de fermes et certains déchets industriels (Nicholson et *al.*, 2003).

La littérature scientifique rapporte des teneurs en Pb des boues urbaines variables ; 164 à 177mg.kg⁻¹ (Yang et *al.*, 2017) ; 12 à 96mg.kg⁻¹ (Mtshali et *al.*, 2014) ; 53 à 152mg.kg⁻¹ (Chen et *al.*, 2008) ; 164 à 197mg.kg⁻¹ (Walter et *al.*, 2006).

I.3.4.6.2. Spéciation du Pb dans le sol

Le plomb est peu mobile dans les milieux naturels, il a donc tendance à s'accumuler dans les horizons superficiels des sols. La localisation du Pb dans les premiers centimètres du sol est principalement liée à une forte présence de MOS, (Alloway, et *al.*, 2000) observent une forte complexation des cations Pb²⁺ avec les acides humiques. Cependant les avis sont assez partagés ; certains auteurs observant une forte affinité du Pb avec les matières organiques (Alloway, 1995), alors que d'autres suggèrent un rôle important des MOS dans l'adsorption du Pb mais trouvent que sa fixation est plus importante sur les minéraux argileux (Sipos et *al.*, 2005). En revanche, Gavada (2001) et Cornu et *al.*, (2005) montrent que le Pb dans les sols non contaminés s'accumule systématiquement dans les zones oxydées traduisant une forte affinité de cet élément pour les oxydes de fer et les concrétions ferromanganiques. A l'état libre dans la solution du sol le Pb se présente sous forme de cations : Pb²⁺, PbCl⁺, PbOH⁺, et d'anions : PbCl₃⁻ et Pb(CO₃)₂²⁻.

Les risques de mobilité sont plus grands dans les milieux acides, alors qu'à pH 5, le plomb semble majoritairement adsorbé par les oxydes et les matières organiques (Alloway, 1995). Le pH élevé du sol engendre une chute de la solubilité et une forte précipitation du Pb avec les hydroxydes, les phosphates ou les carbonates et ceci conduit à la formation de complexes organo-métalliques relativement stables. Une diminution du potentiel redox entraîne dans le sol une augmentation des réactions de solubilisation du plomb.

Dans l'analyse des relations sol-plante, Cecchi et *al.*, (2008) trouvent que des concentrations élevées en Pb sont mesurées dans les racines, (atteignant 1000 mg.kg⁻¹) alors que le coefficient de transfert du sol vers les parties aériennes demeure faible, de l'ordre de 0,04 à 0,24.

La spéciation du Pb dans les boues est indicatrice de l'intensité du risque environnemental en fonction du temps. Le Pb est majoritairement porté par la fraction résiduelle à hauteur de 69 à

71% de la teneur totale, et présente une faible mobilité (Yang *et al.*, 2017). Walter *et al.*, (2006) et Zufiaurre *et al.* (1998) ont observé que la fraction résiduelle représente respectivement 85 %, et 58 %. L'épandage des BRU sur les sols agricoles contribue à l'élévation des concentrations en Pb et des risques écologiques et sanitaires.

I.3.4.7. Le Zinc (Zn)

I.3.4.7.1. Caractéristiques générales du Zn

Le Zn est fréquemment présent dans les roches magmatiques et les roches sédimentaires. Dans la croûte terrestre, sa concentration est de 70 mg.kg⁻¹. Il est associé avec le Pb, le Cu, et le Fe, dans les minéraux tels que la Blende, la Pyrite, la Galène, la Chalcopryrite (Baize, 1997). Les minéraux riches en Zn qui peuvent constituer des gisements miniers sont la Sphalérite, la Blende (ZnS) et la Smithsonite (ZnCO₃).

Le zinc est très utilisé en industrie, notamment dans la protection contre la corrosion des équipements, c'est aussi un catalyseur dans plusieurs procédés chimiques (pigments, plastiques, lubrifiants et pesticides), dans l'industrie automobile, la nutrition animale et quelques applications médicales. Dans les sols les teneurs naturelles de zinc, hors des anomalies géochimiques, varient entre 10 et 100 mg.kg⁻¹ (Baize, 1997). Les différentes sources anthropiques sont l'industrie (sous forme de sulfures ZnS), l'épandage agricole d'effluents d'élevage ou de BRU et le trafic automobile. Alors que les apports par voie atmosphérique sont estimés entre 80 et 500 g/ha/an (Baize, 1997).

Les boues résiduaires, les engrais phosphatés et les composts apportent respectivement 802 ; 654 et 75mg.kg⁻¹ de Zn au sol (Nicholson *et al.*, 2003). L'analyse des boues de 5 stations urbaines en Egypte montre une forte fluctuation de la concentration en Zn ; Helwan 1770mg.kg⁻¹, El Gabel El Asfar 515mg.kg⁻¹, 6 Octobre 3237 mg.kg⁻¹, El Berka 1181 mg.kg⁻¹ et Balaqus 684 mg.kg⁻¹ (Lasheen et Ammar, 2009).

Chez les plantes le Zn assure un rôle métabolique essentiel, telle l'activité des diverses enzymes comme les déshydrogénases, les protéinases et les peptidases. Les apports excessifs de boues contaminées en zinc peuvent conduire à une diminution de l'activité microbienne, à une réduction de la décomposition de la litière, à une diminution de la fixation symbiotique de l'azote, se traduisant par une diminution de la croissance des plantes (Adriano, 2001).

I.3.4.7.2. Spéciation du Zn dans le sol

Bien que le Zn soit très mobile dans le sol, les matières organiques et les argiles sont en mesure de retenir ce métal notamment dans les conditions de pH neutre à alcalin. Wong *et al.*, (2007), confirment que les matières organiques constituent un facteur influençant la mobilité du Zn dans les sols alcalins avec un pH compris entre 7 et 7,5. En outre, les oxydes et les hydroxydes d'Al, de Fe et de Mn semblent importants dans l'adsorption du Zn. Dans les sols faiblement acides la mobilisation et le lessivage des ions Zn^{2+} libres se trouvent faciliter par sa faible adsorption et aussi la concurrence manifestée par les autres cations de la solution du sol. Dans les sols lessivés acides, le Zn accompagne l'argile dans sa migration et s'accumule dans l'horizon enrichi en argile (Duchaufour 1997). Le zinc peut donc selon les conditions de pH, être mobile et migrer facilement en profondeur.

Zyrin *et al.*, (1976) cité par Kabata-Pendias, 2011, rapportent que la spéciation de Zn présente une distribution principalement dominée par les hydroxydes de Fe et Al (14 à 38%) et les minéraux argileux (24 à 63%). Ainsi, les argiles, les oxyhydroxydes et le pH sont probablement les facteurs les plus importants contrôlant la solubilité du Zn. En revanche, dans les sols sableux, les MOS représentent la fraction porteuse de Zn la plus importante, et les oxydes de Fe, d'Al et Mn deviennent minoritaires. La proportion de Zn associée aux MOS est importante dans les sols minéraux à texture sableuses, mais les constantes de stabilité des liaisons Zn-MO sont relativement faibles. L'application des boues de station d'épuration sur les sols, modifie la forme de distribution de Zn : elle augmente de façon significative la teneur des fractions hydrosoluble et échangeable.

Les teneurs totales en Zn des BRU montrent une distribution dominée par les premières fractions extraites durant les protocoles séquentiels. En effet la somme des proportions des fractions (échangeables, carbonates et Oxydes de Fe et Mn) sont de 86 ; 56 ; 77 ; 74 et 75% sur 5 différentes boues urbaines, avec une domination de la fraction réductible (Lasheen et Ammar, 2009). Ce type de distribution confirme les résultats précédemment publiés par Zufiaurre *et al.* (1998) et préconise une forte présence des formes chimiques mobiles de Zn dans les boues, ce qui rehausse le risque potentiel écotoxicologique.

I.3.4.8. Le Titane (Ti)

I.3.4.8.1. Caractéristiques générales du Titane

Le titane est un constituant présent dans plusieurs types de roches, sa concentration varie de 0,4 à 10%. Il est fréquemment associé à des minéraux résistants aux processus d'altération. Dans l'industrie, il est principalement exploité dans divers produits manufacturés, la production du

polyéthylène, l'industrie aéronautique et les produits médicaux (implants, prothèses). Le dioxyde de titane (TiO_2) est utilisé dans un grand nombre de produits cosmétiques (crèmes solaires, produits de beauté) sous forme de nanoparticules du fait de leurs propriétés photocatalytiques et d'absorption des rayons UV. Ainsi, l'activité humaine constitue une source importante de Ti dans l'environnement. Les eaux usées, les boues des Step et les déchets solides véhiculent des concentrations importantes de Ti et sont des sources de contamination de l'environnement (USEPA 2010). Contrairement aux milieux aquatiques, le suivi du devenir des TiO_2 dans les sols est encore très peu étudié.

Les risques écotoxicologiques liés aux nanoparticules de TiO_2 et aux sous-produits d'altération de sur les organismes terrestres sont encore peu connus. Cependant, Il a été montré que les propriétés des nanoparticules de TiO_2 , contenues dans les crèmes solaires, sont conservées dans le milieu même après leur utilisation (Auffan et al., 2010 ; Labille et al., 2010). La détermination des teneurs en Ti dans les BRU n'est pas fréquente, selon les valeurs portées au tableau 12, elles peuvent varier de 87 à 4000mg.kg^{-1} (Mulchandani al al., 2016).

I.3.4.8.2. Spéciation du Ti dans le sol.

Le titane existe dans le sol à l'état d'oxyde de TiO_2 généralement cristallisé sous forme de Rutile ou d'Anatase. Il se caractérise par sa stabilité géochimique due à la forte insolubilité de l'oxyde au $\text{pH} > 3$. En milieu acide (dans les cas des podzols) le Ti peut être mobile par chéluviation suite à sa complexation avec les composés organiques, c'est le cas de l'horizon spodique des podzols où l'accumulation du Ti peut atteindre 1% (Duchaufour 1997).

En présence d'une nappe temporaire, les conditions de réduction, permettent l'adsorption du Fe^{2+} par les minéraux contenant du Ti ; mais à la faveur du retrait de la nappe, l'oxydation du fer en Fe^{3+} conduit à la formation de pseudorutile et au maintien du complexe Fe-Ti dans le sol. Ainsi, le Ti incrusté dans les feuillets d'argiles, porté dans le réseau cristallin des minéraux ou associé à l'intérieur des feuillets de silicates, peut forcément aussi être adsorbé par les concrétions de Fe et de Mn (Kabata-Pendias, 2011). La forte association du Ti à la fraction minérale est l'un des facteurs justifiant sa faible biodisponibilité dans la solution du sol et l'absence d'effets écotoxicologiques.

I.3.4.9. Le Cobalt (Co)

I.3.4.9.1. Caractéristiques générales du Co

Dans la croûte terrestre le cobalt est principalement présent dans les roches ultramafiques à des concentrations supérieures à 200mg.kg^{-1} et dans des proportions faibles (1 à 15mg.kg^{-1}) dans les roches ignées acides. Cobaltite (CoAsS), Smaltite (CoAs_{2-3}) et Linneite (Co_3S_4) forment les

gisements les plus riches en Cobalt (Kabata-Pendias, 2011). De faibles quantités sont aussi présentes naturellement dans les eaux, l'air et les tissus animaux et végétaux (ATSDR, 2004).

Le Co intervient dans l'industrie, il est utilisé dans le confectionnement des alliages destinés à l'aéronautique, la fabrication d'aimants permanents, de pigments et comme additif en agriculture (Hamilton, 1994). Les boues des Step et les eaux usées constituent aussi un vecteur de cobalt à prendre en compte dans le cas d'une valorisation agricole. Les sols sont aussi approvisionnés par les retombées atmosphériques en cobalt qui peuvent provenir des feux de forêts, de l'érosion éolienne, des éruptions volcaniques et des embruns marins.

La concentration naturelle de Co trouvée dans les sols provient principalement de la roche mère. La teneur et la distribution du Co dans le profil pédologique est dépendante des processus de formation du sol et de la zone bioclimatique. Le cobalt stable est présent dans les sols à une concentration variant de 1 à 50 mg/kg (Hamilton, 1994) et atteint 150 mg/kg dans les zones métallotectes et 2 à 23 mg.kg⁻¹ sur les sols agricoles (Baize, 2007). De fortes teneurs ont été également trouvées dans les régions arides et semi-arides d'Egypte, de l'ordre de 16,5 à 26,8 mg.kg⁻¹ (Nasseem et Abdalla, 2003).

I.3.4.9.2. Spéciation du Co dans le sol

Durant le processus d'altération des roches mères, le Co sous forme Co³⁺ est peu stable dans la phase aqueuse, il est soit adsorbé sur les oxydes de Fe et Mn ou précipité avec les sulfides (Kabata-Pendias, 2011). Ainsi, son comportement et sa biodisponibilité dans les sols sont très impactés par les oxydes et hydroxydes de Fe et Mn.

La spéciation du Co est fonction de plusieurs facteurs, parmi lesquels figurent le Eh et le pH qui jouent un rôle significatif dans la solubilisation du Co précipité ou adsorbé dans le sol. La sorption du cobalt sur les oxydes de Fe et Mn accroît significativement avec le pH et elle est contrôlée par le potentiel redox. Plusieurs ligands organiques stimulent la sorption du Co, mais augmentent sa mobilité en absence des hydroxydes de Fe (Brooks, *et al.*, 1998). La forte affinité avec les oxydes de Fe induit une augmentation de sa mobilité en milieu réducteur, notamment hydromorphe. Le cobalt forme des complexes très stables avec les ligands organiques, notamment les acides humiques et fulviques (Glaus *et al.*, 2000). La complexation du Co avec les composés organiques contrôle sa biodisponibilité pour les plantes. Colle *et al.*, (1996) trouvent que seuls 5 à 10 % du cobalt total d'un sol sont portés par la fraction hydrosoluble. La variation des conditions d'humidité du sol associée à la dégradation des matières organiques engendre des déplacements du Co entre les phases porteuses. L'extraction séquentielle sur un sol de rizière montre un déplacement notable des fractions échangeables : une complexation

plus importante du Co au profit des oxydes de fer se produit en quelque mois (Tagami et Uchida, 1998).

Les amendements calciques et divers fertilisants influencent aussi la solubilité du Co, par la réduction de sa phytodisponibilité résultant de l'abondance et de la concurrence des cations Ca^{++} . Le Cobalt est un élément essentiel, son déficit dans les fourrages engendre à terme des carences pour les animaux. Cet oligo-élément constitue, notamment le noyau de la vitamine B12 (cyanocobalamine) et intervient dans de nombreuses réactions enzymatiques (hématopoïèse). Bien que, le cobalt soit essentiel, il peut se révéler toxique lorsqu'il est présent dans de trop fortes concentrations.

I.3.5. Concepts de biodisponibilité des ETM

Le sol est un compartiment de l'environnement hétérogène caractérisé par des variations spatio-temporelles des paramètres intrinsèques. Ces caractéristiques physiques et chimiques (pH, Eh, carbone organique, texture et structure) et les interactions avec les facteurs climatiques et la topographie, déterminent le comportement des éléments, leur biodisponibilité et le transfert de matières dans le sol et avec les autres compartiments de l'environnement.

La biodisponibilité d'un métal ou d'un composé métallique consiste en la possibilité d'être fixé par les récepteurs biologiques (Lanno et *al.*, 2004). Cette biodisponibilité dépend non seulement de la teneur totale mais aussi de la spécificité du récepteur, de la perméabilité des membranes plasmiques, du temps d'exposition et de la possibilité de la désorption par la fraction du sol (Anderson et *al.*, 1999). Les ETM présents dans le sol interagissent avec des constituants spécifiques du sol de manière dynamique au fil du temps, ce qui entraîne une mobilité mais aussi une séquestration, les rendant indisponibles.

À titre d'exemple, on considère que seule la fraction libre du métal présente dans la solution du sol est biodisponible pour le ver de terre par absorption cutanée (Belfroid et *al.*, 1996) et ceci relève de la biodisponibilité environnementale. Une fraction de biodisponibilité environnementale peut être absorbée par les membranes externes du ver de terre (Lanno et *al.*, 2004). Une fois absorbé, l'élément chimique intègre le métabolisme, il peut être excrété des tissus ou transportés dans les sites d'expression de la toxicité (SET), d'où la notion de biodisponibilité toxicologique se référant à la partie de la teneur totale qui atteint et interagit avec le SET.

La disponibilité et la biodisponibilité sont des notions nécessaires pour pouvoir estimer les effets probables des ETM présents naturellement dans les sols ou introduits par les apports de boues, d'eaux usées, d'engrais ou de pesticides. Ces concepts fréquemment utilisés sont parfois

même confondus pour montrer les conséquences de la contamination ou de la pollution. Dans les travaux de Peijnenburg et *al.*, (1997) et Harmsen et *al.* (2005) le concept de biodisponibilité est subdivisé en trois : la disponibilité environnementale, la biodisponibilité environnementale et la biodisponibilité toxicologique.

I.3.5.1. Disponibilité environnementale

La fraction disponible d'un métal dans le sol est définie comme une portion de sa teneur totale représentée dans la répartition sur les différentes phases porteuses : solution du sol et phase solide (figure 7). Le concept de disponibilité représente la capacité d'un métal à passer de compartiments du sol où il est fortement retenu vers ceux où il est moins énergiquement retenu (Juste 1988). D'autres chercheurs (Allen, 1993 ; Baize 1997) ont relié la disponibilité à leur spéciation ou les différentes formes chimiques des métaux présents dans le sol.

Peijnenburg et *al.* (1997), considèrent qu'au sein de la rhizosphère la spéciation et donc la disponibilité des métaux peut être fortement modifiée en fonction de l'espèce végétale, du sol et du temps d'exposition. Les racines interagissent avec le sol rhizosphérique et en modifient ses propriétés physico-chimiques. Cette approche tient compte explicitement d'une part de la spéciation dans la solution du sol et non seulement de la spéciation en phase solide, et d'autre part, elle rend opérationnelle l'évaluation de la disponibilité au travers de l'utilisation de différentes techniques de dosage et d'extraction des ETM.

I.3.5.2. Biodisponibilité environnementale

La biodisponibilité environnementale des métaux est également définie comme la fraction disponible d'un métal qui est prélevée par la plante dans le sol par des processus physiologiques d'absorption. Harmsen et *al.*, (2005) ont observé que la biodisponibilité environnementale était dépendante du temps d'exposition des racines au sol contaminé mais également spécifique de l'espèce végétale et même de la variété. Cela sous-entend que la biodisponibilité environnementale exprime un concept dynamique prenant en compte les interactions sol-racine.

La contamination des plantes exposées aux métaux est le résultat de l'intensité du flux vers la surface des racines. L'estimation du flux à partir de la détermination des teneurs cumulées dans les plantes pendant une durée d'exposition définie, permettrait d'évaluer la biodisponibilité et d'entrevoir les transferts sol-racine et leurs impacts sur la modification de la disponibilité des ETM dans la rhizosphère.

I.3.5.3. Biodisponibilité toxicologique

L'évaluation du risque de toxicité fait usuellement référence à la teneur totale des métaux dans le sol. La pertinence des études environnementales a permis de distinguer la composante biodisponibilité toxicologique comme étant la fraction, accumulée dans la plante, et qui est responsable d'effets toxiques ou de l'expression de la toxicité. Les interactions métaux-plante d'absorption se déroulent via des mécanismes semblables à tous les échanges chimiques indépendamment de la nature du métal et de son rôle biologique. Les effets toxiques du Cr, par exemple dépendent de sa spéciation qui détermine l'absorption, la translocation de la racine vers les parties aériennes et l'expression de sa toxicité (Shanker et *al.*, 2005).

I.3.6. Biodisponibilité et évaluation du risque

L'évaluation du risque potentiel des métaux pour l'environnement et la santé publique constitue un défi majeur. Au cours des 25 dernières années, les travaux de recherche ont démontré que les effets négatifs potentiels de l'exposition aux métaux lourds et aux polluants organiques dans les sols sont fortement influencés par la biodisponibilité (Naidu et al., 2008). La multitude de processus biochimiques et physiques du sol contrôlant le devenir des contaminants et la difficulté associée à l'évaluation de leur biodisponibilité et de la durée d'exposition sont autant d'éléments à prendre en compte dans l'évaluation du risque environnemental et sanitaire.

Une évaluation basée sur la concentration totale du contaminant est qualifiée de préliminaire et peut surestimer le risque environnemental lié à l'exposition en raison de l'hypothèse abusive que les contaminants sont biodisponibles à 100 %. Cette évaluation basée sur une détermination de la teneur totale par une attaque à l'aide d'acides forts (HNO₃, HCl, HF) risque de surestimer le niveau de pollution et de préconiser des projets d'assainissement des sols avec des coûts exorbitants, ainsi que des restrictions d'utilisation et des implications sociales et économiques.

La biodisponibilité des contaminants dans l'environnement terrestre est donc un processus complexe et dynamique dépendant également des propriétés intrinsèques des sols. Il est admis en général, que le processus de sorption se réduit à la biodisponibilité des ETM dans le sol (Shanker et *al.*, 2005), mais certains auteurs suggèrent aussi la prise en compte de l'activité microbienne contribuant à l'augmentation de leur biodisponibilité (Olaniran et *al.*, 2013).

I.3.7. Conclusion

D'origine naturelle ou anthropique, les ETM présentent un comportement dépendant de la concentration, de la spéciation et les propriétés intrinsèques des sols. Les métaux lourds engendrés par les apports de boues, d'eaux usées épurées, des engrais ou des retombées

atmosphériques disposent d'affinité particulière avec les fractions de matières organiques et minérales. La solubilité et la précipitation des métaux est fortement liée aux conditions d'oxydo-réduction et de pH du milieu édaphique.

Une forte concentration totale d'un métal dans un sol agricole n'est pas forcément synonyme d'un fort risque de libération et par conséquent d'une forte biodisponibilité pour les êtres vivants (animaux et végétaux) ou d'un transfert vers les aquifères.

La teneur totale est répartie sur divers sites chimiques qui expriment les différentes formes chimiques de réactivité différentes. Ainsi, la forme ionique libre (Cu^{++} , Pb^{++} , Cd^{++} , etc.) apportée au sol agricole par les eaux usées épurées suite à irrigation des cultures est très réactive, avec les espèces neutres plus facilement assimilables par les organismes vivants et les plantes. Les autres fractions porteuses disposent d'un pouvoir de désorption différent à court, moyen et long termes. Les matières organiques enrichissant le sol suite à un épandage de boues constituent un frein temporaire à la diffusion rapide des ETM et permet au sol de jouer pleinement son rôle de filtre naturel.

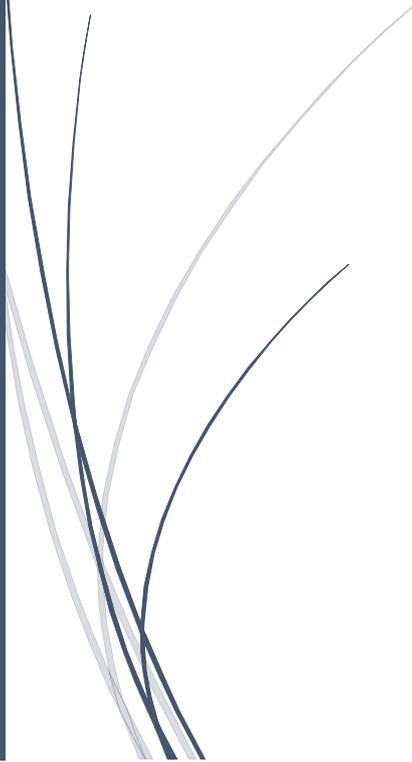
Les carbonates et les oxydes-hydroxydes de Fe et de Mn peuvent libérer les teneurs en métaux complexés suite à une dissolution des oxydes de fer (baisse du Eh) ou par solubilisation grâce à l'activité de micro-organismes. Enfin, la fraction portée par les minéraux primaires et les argiles est caractérisée par une très faible désorption dans le sol, donc un impact environnemental limité.

La forte variabilité des teneurs totales en ETM est associée à une spéciation différente dans les boues résiduaires urbaines. La forte proportion portée par les fractions échangeables, carbonates et Oxydes de Fe et Mn préconise une forte présence des formes chimiques mobiles et biodisponibilité dans les sols après épandage. La spéciation des ETM dans les boues est donc indicatrice de l'expression du risque environnemental en fonction du temps.



CHAPITRE II.

*Milieu naturel
de l'Etude*



II.1. Aspects généraux

II.1.1. Situation géographique

Le site d'étude se situe dans la wilaya de Boumerdes, qui est une zone côtière, dont le chef lieu est à une cinquantaine de kms d'Alger. Elle s'étend sur une superficie de 1 456,16 km² avec 100 km de profil littoral allant du cap de Boudouaou El Bahri à l'Ouest à la limite Est de la commune d'afir (figure 8). La population de la wilaya est évaluée à 801 068 habitants (DPAT, 2013). Elle compte actuellement 32 communes regroupées autour de 09 Daïras. La répartition de cette population sur le territoire est homogène avec une nette concentration au niveau des agglomérations chef-lieu des communes. Au plan géographique, la Wilaya de Boumerdes est limitée par la mer Méditerranée au Nord, la wilaya de Tizi-Ouzou à l'Est, la wilaya de Bouira au Sud-est, la wilaya de Blida au Sud-Ouest et la wilaya d'Alger à l'Ouest.



Figure 8. Carte du découpage administratif de la wilaya de Boumerdes (DPAT, 2013).

II.1.2. Les sols.

Boumerdes dispose d'un potentiel foncier agricole appréciable essentiellement partagé entre trois entités géographiques : la plaine du Bas Isser, la plaine du bas Sébaou et la Mitidja. Les sols sont caractérisés par une texture fine et par leur aptitude à la pratique d'une agriculture intensive. Du point de vue agronomique, le foncier agricole de la wilaya est représenté par :

- Les sols fertiles à haut rendement agricole formant les plaines du littoral dont une partie est souvent marécageuse (bordure des oueds).

- Les sols cultivables, propices à la pratique de la céréaliculture et de l'arboriculture rustique au niveau des piedmonts.
- Les sols classés incultes formant les massifs montagneux rocaillieux, accidentés et recouverts de végétations forestières.

La nature pédologique des sols est influencée par une roche mère de nature calcaire. Ce substrat géologique est omniprésent dans les bassins versant de l'Oued Sébaou et l'Oued Isser, il est représenté notamment par les formations du tertiaire (marnes bleues du Miocène et Miopliocène) et des formations quaternaires du littoral. Ces formations sont représentées par des faciès littoraux et alluviaux, développés sur des étendues considérables (100km²), masquant souvent la structure géologique de la région (Chemlal, 1983). Les alluviaux littoraux appelés aussi dépôts éoliens sableux sont formés à partir du retrait de la mer et du ravinement des formations tertiaires, ils constituent le support actuel des sols agricoles étudiés. S'agissant des formations du quaternaires, elles sont répandues dans la région et décrites comme étant des sables rouge brique plus ou moins argileux très fins et très riches en oxydes de fer. Ces formations rougeâtres qui gardent l'empreinte calcique de la roche mère sont par endroit sablo-limoneuses peuvent atteindre 50m de profondeur (Chemlal (1983). D'après la synthèse des travaux du BNEDER (1994), les sols de la région de Boumerdes sont profonds par endroits avec une empreinte calcaire importante (figure 9). Du point de vue pédologique les sols étudiés sont calciques et formés sur un substrat géologique de type sables rouges du pliocène supérieur très compact affleurent par endroits et recouvrent les marnes bleues plus anciennes à certains endroits (Chemlal, 1983).

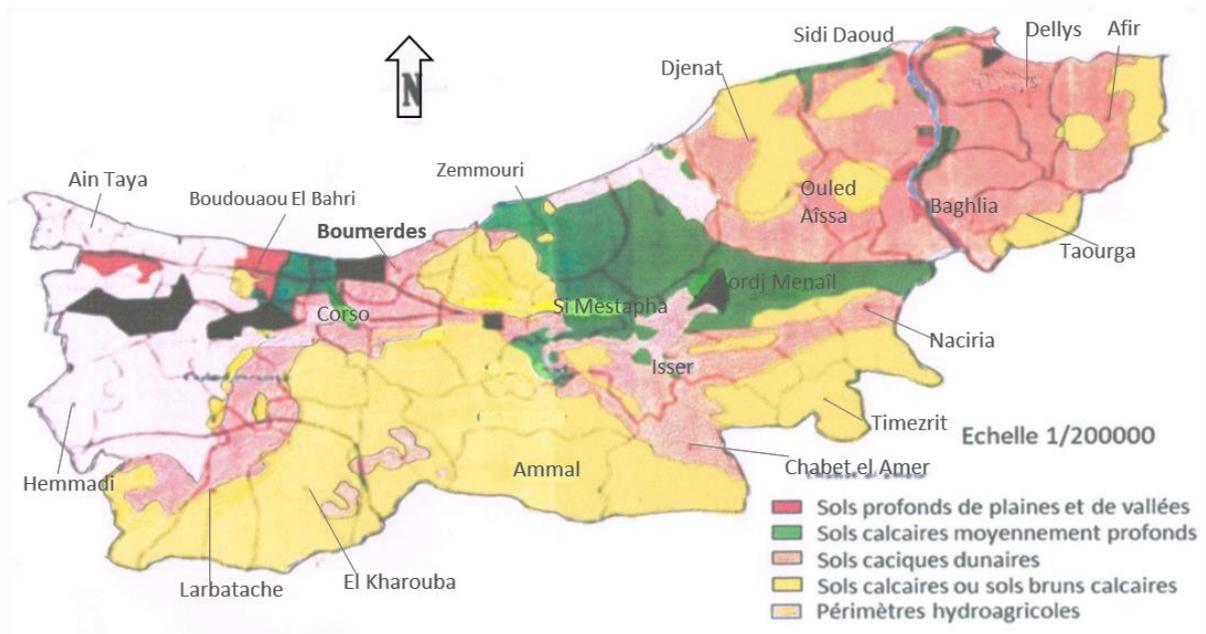


Figure 9. Carte des sols de Boumerdes (BNEDER, 2004).

II.1.3. Le climat

II.1.3.1. Pluviométrie et Températures

La caractérisation du climat de la zone d'étude, est basée sur les données pour la période 2000-2010 enregistrées à la station météorologique de Dar El Beïda, identifiée par les coordonnées suivantes : altitude 25m, latitude 36° 42' 21,652''N, longitude 3°13'41,514''E. La pluviométrie dans la région est extrêmement variable d'une année à une autre, comme il a été constaté par Seltzer (1946) et confirmé par les observations météorologiques les plus récentes (figure 10). Par rapport à la région toute entière, les pluies obéissent à certains paramètres : - La hauteur des pluies augmente avec l'altitude ; - les pluies diminuent au fur et à mesure que l'on s'éloigne du littoral (continentalité). - les pluies augmentent de l'Ouest à l'Est. Pour la période 2000-2010 la moyenne annuelle de précipitations enregistrée est de 627,7 mm, dont 65% sont reçues durant la période d'Octobre à Mai (figure 11). Le mois le plus pluvieux est Décembre avec 128,8 mm et le mois le plus sec est Juillet (tableau 17).

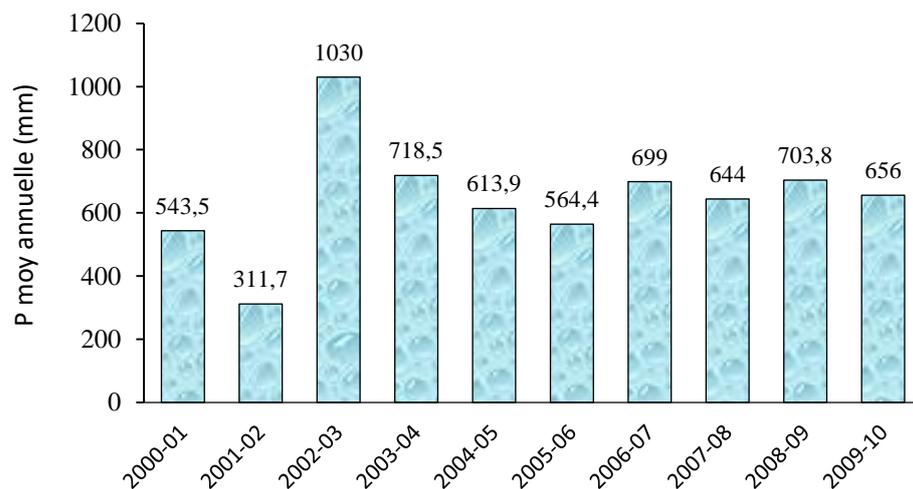


Figure 10. Pluviométrie interannuelle 2000-2010 pour Boumerdes (ONM, Dar El Beïda)

Les températures atmosphériques sont l'un des facteurs climatiques ayant un effet important sur les processus vitaux des êtres vivants et leur répartition géographique, ainsi que l'évolution pédogénétique des sols (Duchauffour, 1997). Les régions littorales comme Corso sont connues pour leur climat doux et tempéré. Les températures moyennes de saisons sont 12°C en hiver, 15°C au printemps, 27°C en Eté et 23°C en Automne. Quant aux températures minimales enregistrées sont de 7,34 °C au mois de Février et le maximum atteint 30,47°C au mois d'Août.

Tableau 17. Données moyennes de Températures et pluviométrie (2000-2010).

Mois	J	F	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D
P (mm)	87,94	57,63	76,86	62,16	42,88	1,23	0,84	1,84	27,96	39,02	100,53	128,8
T min (°C)	7,66	7,34	10,5	8,02	16,32	23,47	26,35	25,61	21,65	21,14	14	9,28
T max (°C)	15,55	15,63	16,95	12,6	22,63	26,48	30,15	30,47	26,55	29,48	23,6	16,35
T Moy (°C)	11,60	11,48	13,72	10,31	19,47	24,97	28,25	28,04	24,1	25,31	18,8	12,81

Source: ONM Dar El Beïda.

De façon générale, le climat de Boumerdes est de type méditerranéen nettement contrasté, défini par une succession de saisons humides et de saisons sèches. Pour illustrer ce caractère du climat, nous avons utilisé le diagramme de Bagnouls et Gaussen qui considère qu'un mois est sec quand les précipitations totales, en millimètres, sont inférieures au double de la température ($P < 2T$) (Bagnouls et Gaussen, 1953). Ce diagramme, montre que le climat de cette région est caractérisé par une période sèche qui s'étale de mi-Mai jusqu'à la fin du mois d'Octobre ; et une période humide qui est assez étalée, de Novembre jusqu'à la mi-Mai (figure 11).

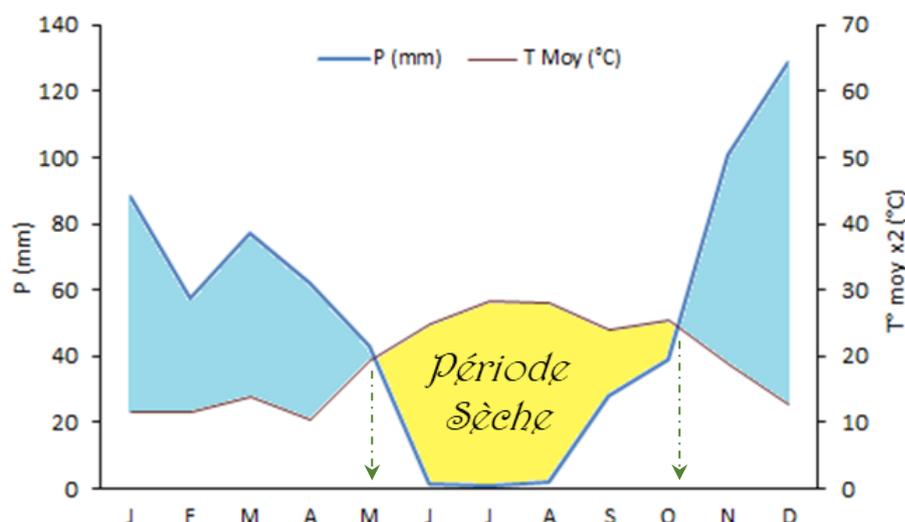


Figure 11. Diagramme Ombrothermique de Bagnouls et Gaussen pour Corso (données ONM-Dar El Beïda, 2000-2010).

L'étendue de la période sèche indique la durée pour laquelle la demande climatique n'est pas satisfaite et l'installation d'un déficit hydrique. Durant cette période les cultures maraichères et la vigne, nécessitent un apport d'eau par irrigation pour limiter les effets néfastes de la sécheresse et assurer ainsi une bonne production. En effet, les agriculteurs en majorité puisent soit directement dans les bassins creusés à même le lit d'Oueds ou à partir de puits établis à proximité des berges. Cependant, les agriculteurs de EAC n°8 intégrés dans le projet pilote de réutilisation des effluents de la Step de Boumerdes disposent d'un bassin d'accumulation et irriguent les parcelles de vignes avec les EUE. Selon ITAFV (1993), les irrigations d'appoints

pour la culture de la vigne sont nécessaires pour assurer une production optimale : il est donc préconisé des irrigations à partir du stade nouaison jusqu'au stade avant maturité de la baie.

II.1.3.2. Quotient pluviothermique

La classification bioclimatique de la région de Corso est réalisée par l'utilisation de la formule d'Emberger qui est la plus adaptée pour l'Afrique du Nord. Le quotient pluviothermique lie les deux facteurs essentiels définissant le climat : les précipitations et les températures. Le climat peut être caractérisé par ce quotient qui traduit la sécheresse climatique, il s'exprime selon la formule ci-après modifiée par (Stewart, 1969).

$$Q2 = K \frac{P}{M - m}$$

Q2 : Quotient pluviothermique.
 P : Précipitations moyennes annuelles.
 K = 3,43, coefficient de Stewart pour l'Algérie.
 M-m : amplitude thermique

Le quotient pluviothermique d'Emberger (Q2 = 93,08) obtenu, situe la zone de la commune de Corso dans l'étage bioclimatique subhumide chaud (figure 12).

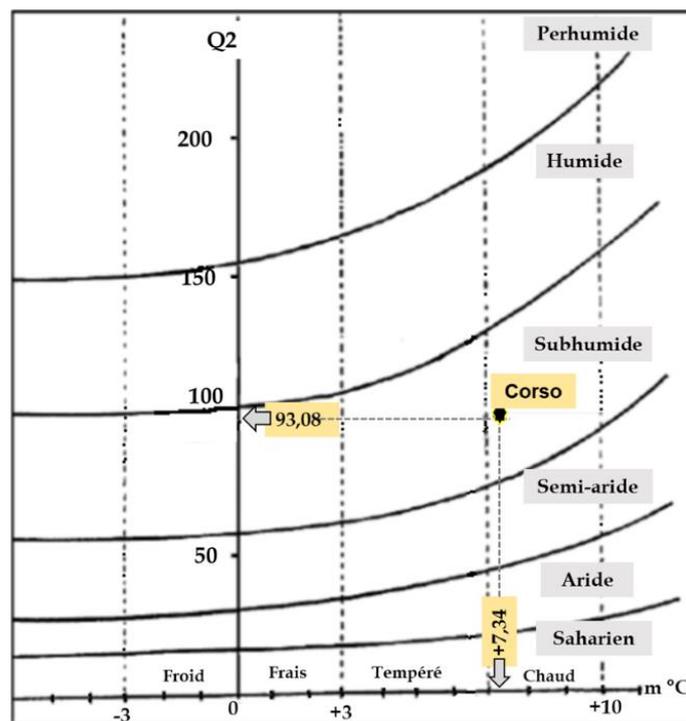


Figure 12. Climagramme d'Emberger pour Corso (données ONM Dar El Beïda, 2000-2010)

Ces conditions de températures et de pluviométrie constituent des atouts naturels en faveur du développement des cultures et de l'expression optimale des potentialités agricoles. En outre, 37% du relief se trouve occupé par les ensembles physiques de plaines et de vallées, ce qui place la wilaya de Boumerdes dans la classe 1, comme territoire à fortes potentialités agricoles.

II.1.3.3. Les Vents

Les vents dominants sont de directions Ouest et Nord-ouest avec une prédominance durant les mois de novembre à avril. Par contre les vents en Est et Nord-Est prédominent en été associés à des brises marines. Les vents de direction Nord sont plus fréquents et soufflent pendant toute l'année. Le vent de Sud chaud et sec (sirocco) qui souffle Sud-Est et Sud-Ouest se produit à faible intensité avec une moyenne annuelle de 20 jours par an (ONM Dar El Beïda, 2000-2010).

II.1.4. Utilisation actuelle des terres agricoles

Boumerdes est à vocation essentiellement agricole, où l'on distingue 2 types d'agricultures : une agriculture traditionnelle peu développée et localisée sur les massifs, principalement de subsistance avec une forte pratique d'élevage extensif ; une agriculture moderne pratiquée sur les larges replats longeant le littoral, les collines marneuses et les terrasses alluviales.

La wilaya de Boumerdes est classée comme zone à fortes potentialités agricoles propices à la pratique de la polyculture. L'agriculture constitue une vocation importante, elle est favorisée par les atouts liés à (i) un climat favorable à la pratique de l'agriculture et à la diversification des cultures. (ii) des ressources en eaux importantes dont la mobilisation permettent l'augmentation des superficies irriguées (iii) une main d'œuvre jeune et qualifiée, (iv) un plan de développement et un cadre juridique (concessions agricoles et accessions à la propriété foncière) adéquat aux investissements.

La superficie agricole totale (SAT) est de 97 651ha, dont 62 816 ha de superficie agricole utile représentant 64,3 %. Les superficies de pacages et les terres improductives sont relativement moins importantes elles représentent respectivement près de 35% la SAT (tableau 18). La SAU est dominée par les cultures de céréales, fourrages et les maraîchères qui cumulent près de 57%. La part de la SAU irriguée est évaluée à 17 396 ha. Les disponibilités hydriques permettent d'envisager un accroissement des surfaces irriguées ainsi qu'une diversification des cultures.

Les sols faisant partie de notre étude se situent dans la commune de Corso à proximité de la ville de Boumerdes (figure 13). Cette commune dispose d'une SAT de 1541,55 ha, elle est intégrée dans l'Algérie alpine et essentiellement structurée par la plaine de la Mitidja : un bassin de type intra montagneux, bordé au Sud par le domaine des nappes formant l'Atlas Tellien. Le relief de Corso est peu accidenté, il est formé de trois grands ensembles géographiques constitués : en majorité de plateaux et de plaines (soit 85% de la superficie totale) caractérisée par des pentes faibles de 0 à 5% au Nord, et de montagnes (3%) présentant des pentes de 15 à 20% situées dans la partie Sud de la commune (DPAT, 2013).



Figure 13. Situation géographique de la commune de Corso.

La commune de Corso dispose d’une surface agricole utile (SAU) de 1119,5, représentant 72% de la surface agricole totale (SAT) (tableaux 18). Cette surface agricole est répartie sur 35 exploitations agricoles collectives (EAC) et 07 exploitations individuelles (EAI). Les parcelles étudiées sont localisées dans l’EAC n°08 où les cultures dominantes sont la vigne et les cultures maraîchères.

Tableau 18. Occupation des terres (ha) dans la commune de Corso (2017-2018).

		SAT	SAU	Olivier	Agrumes	Vignes	Arb. Fruit	Clt. Mar.	Cér. Frg.	Sup. Irriguée
Wilaya de Boumerdes	(x 10 ³ ha) (%)	97,6	62,8 64,3	8,2 13,1	22,61 3,6	13,87 22,1	17,51 27,9	14,44 23,0	20,89 33,3	17,34
Commune de Corso	(ha) (%)	1542	1120 72,6	17 1,5	107,75 9,6	231,75 20,7	34,5 3,1	144,26 12,9	470 42,0	364,88

Arb. Fruit : Arboriculture fruitière à noyaux, à pépins et rustiques ; Clt. Mar. : cultures maraîchères ; Cér. Frg. : céréales, fourrages ; Sup irriguée : superficie irriguée.

Cependant, à l’échelle de la wilaya, une forte progression des surfaces plantées est observée pour la culture de la vigne, passant de 6412 ha en 2000-2001 à 13872,8 ha en 2017-2018 soit une moyenne annuelle de 414ha (tableau 19). La production annuelle de raisin de table atteint 2 millions de quintaux sur une surface de rapports estimée à 10 450 ha, soit 45% de la production nationale (DSA, 2018). Ce développement de la viticulture exprime les fortes potentialités agricoles de cette wilaya et il est le résultat de la maîtrise de l’itinéraire technique : choix du porte greffe, choix du cépage, l’irrigation, la fertilisation et la protection phytosanitaire.

Tableau 19. Evolution de la superficie de la vigne de 2000-2018 à Boumerdes (DSA, 2018).

Campagnes	SAU Plantée* (x 10 ³ ha)	SAU en Rapport (x 10 ³ ha)	Production (x10 ³ Q)
2000 - 2001	6,41	4,45	467,2
2001 - 2002	7,24	5,04	684,8
2002 - 2003	7,51	6,44	837,2
2003 - 2004	8,00	7,00	945,0
2004 - 2005	8,14	7,50	1 202,0
2005 - 2006	8,27	7,57	1 137,5
2006 - 2007	8,46	7,67	1 123,0
2007 - 2008	8,54	7,67	1 691,3
2008 - 2009	8,74	7,88	2 151,7
2009 - 2010	8,75	8,19	2 525,7
2010 - 2011	8,97	8,46	1 800,0
2011 - 2012	9,18	8,47	2 320,9
2012 - 2013	9,09	8,47	2 481,8
2013 - 2014	9,60	9,10	2 011,3
2014 - 2015	10,70	9,57	2 314,1
2015 - 2016	10,95	9,81	2 348,2
2016 - 2017	11,55	10,18	2 362,1
2017 - 2018	13,87	10,45	2 123,8

*SAU : surface Agricole Utile.

L'apport d'engrais minéraux ou d'amendement organiques au sol est le moyen technique pour corriger les carences et substituer les prélèvements effectués par les cultures pour achever les différents stades phénologiques. Pour une meilleure nutrition minérale, les agriculteurs préconisent, dans le cas de la vigne, pour un verger productif les apports suivants :

- Super phosphate (TSP 46%) :150 unités. -Sulfate de potasse (K₂O) 50% : 250 unités.
- Ammonitrate (Urée 46%) : 250 unités, ces apports d'azote sont fractionnés au cours des stades de débournement, avant floraison et grossissement du fruit.

Par ailleurs, la vigne est considérée comme une culture dont la sensibilité aux maladies est fonction du type de cépages. L'absence de traitements phytosanitaires implique généralement des pertes de production et des dégâts considérables pour la culture. Le mildiou, l'oïdium, la pourriture grise sont les principales maladies de la vigne, dont les dégâts peuvent aussi être aggravés par les attaques de ravageurs comme le Phylloxera, la Pyrale, Cochylis, l'Altise et les Araignées. Les entretiens réalisés avec les agriculteurs montrent que les ennemis de la vigne les plus actifs sont les champignons, les insectes et les adventices. Plusieurs produits chimiques sont utilisés, toutefois les plus fréquents sont ceux à base de sulfates de cuivre : le Glyphosate, le Deltamethrine et l'Acetamipride, leurs emploi permet fréquemment à l'agriculteur la sauvegarde de la production, mais le non-respect des consignes techniques d'utilisation constitue une source de problèmes de santé et de pollutions des ressources naturelles.

II.2. Gestion des eaux usées et des boues

II.2.1. Contexte général et stratégie nationale

En Algérie, le réseau d'assainissement représente un linéaire de 47048 km qui contribuent à collecter un volume d'eaux usées évalué à 1015 Millions de m³/an pour une population raccordée de 26 millions d'habitants (ONA, 2015). Le traitement des eaux usées est d'une grande utilité sanitaire et écologique, compte tenu des risques de pollution des nappes phréatiques, des sols et de la raréfaction des eaux douces.

Sur 10 années d'activités (tableau 20) le nombre de Step est passé de 47 à 136 touchant ainsi 1117 communes, ce qui illustre une extension continue et permanente des infrastructures d'assainissement. Les 136 stations d'épuration actuellement en exploitation par l'ONA (63 stations à boues activées, 70 stations de lagunages et 03 filtres plantés), souscrivent une capacité totale installée de 9064753 Eq/hab. A la sortie des stations d'épuration, les EUE sont souvent rejetées dans le milieu naturel. Les matières en suspension (MES) récupérées sous forme de boues, sont conditionnées mais leur valorisations est fonction des opportunités présentes dans l'environnement local et régional.

La capacité globale de 13 Millions Eq/hab, permet d'épurer un volume d'eau de 365 Millions de m³/an et de produire 250 000 tonnes/an de boues résiduaire (ONA, 2015). La notion d'Equivalent Habitant est liée à la pollution quotidienne générée par un individu dont la consommation en eau varie de 180 à 300 litres par jour. La quantité de pollution journalière produite par un individu est estimée à 57 g de matières oxydables, 90 g de matières en suspension (MES), 15 g de matières azotées (MA), et 4 g de matières phosphorées (MP).

Tableaux 20. Evolution du nombre de Step en Algérie de 2007 à 2016.

	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016
STEP	46	52	61	68	75	82	96	109	124	136
Nombre Commune	573	519	607	648	654	670	766	874	1059	1117

Source : ONA, 2016

Dans le contexte actuel, l'accroissement du nombre de Step nécessite un plan de gestion durable des sous-produits générés par le processus d'épuration. Pour les quantités importantes de boues produites, deux voies d'élimination sont envisagées :

- la valorisation agricole permettant de mettre en évidence les potentialités fertilisantes des boues et de limiter aussi le recours aux engrais de synthèse ;
- la valorisation énergétique sous forme de production de biogaz par méthanisation.

Les boues produites dans les Step gérées par l'ONA sont essentiellement biologiques. Elles proviennent de l'épuration des eaux usées domestiques et sont composées de matières organiques agrégés par les floccs bactériens. Elles constituent une source importante de matière organique et d'éléments fertilisants. L'application des boues sur les sols agricoles peut permettre une réintégration des éléments minéraux et organiques et réapprovisionner les stocks en élément nutritifs du sol. Cette option constitue une opportunité dans le cas des sols méditerranéens particulièrement pauvres en matière organique (Lahmar et Ruellan, 2007 ; Kribaa et *al.*, 2001 ; Halitim, 1988). Le recyclage agricole est considéré comme la voie optimale dans la mesure où les boues sont peu ou pas contaminées. Ainsi, plusieurs pays européens (Allemagne, Autriche, Danemark, Suède, etc.) ont affiché des politiques favorables à l'épandage des boues agro-industrielles pour limiter les autres voies (incinération, mise en décharge ou rejet en mer). Par contre, la Suisse a interdit l'épandage agricole au profit de l'incinération comme le seul mode d'élimination des BRU.

En l'absence d'une réglementation environnementale nationale claire, la gestion des boues résiduairees générées par les Step urbaines a engendré l'orientation de près de 60% vers la mise en décharge (figure 14). Selon les données fournies par l'ONA, pour l'année 2012, seul 25% des 250000 tonnes de boues produites sont valorisées dans le domaine agricole. Les contraintes à l'origine de cette situation sont liées principalement aux appréhensions sur la qualité des BRU, la perception des agriculteurs et les risques liés à la préservation de la qualité des sols, des eaux et des produits agricoles.

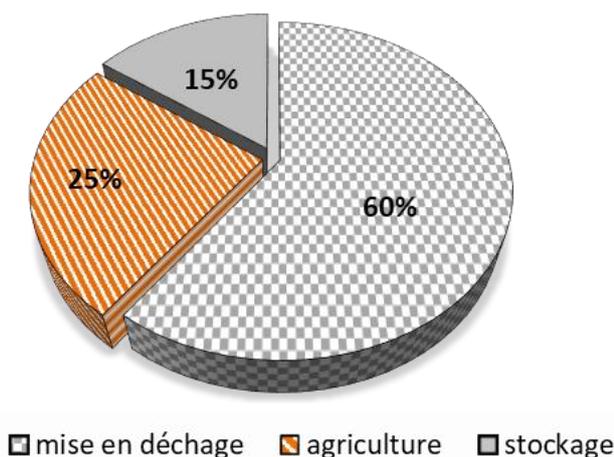


Figure 14. Destinations des boues urbaines pour l'année 2012 (Ladjal et Abbou, 2016).

II.2.2. Valorisation des eaux usées épurées

Le contexte climatique et la tension sur la ressource en eau engendrée par le développement économique et la forte demande de l'agriculture irriguée sont autant de facteurs incitatifs à la mise en œuvre de programmes de réutilisation des EUE. Bien que le taux de raccordement des

foyers aux réseaux d'assainissement soit important (>85 %), le volume d'eau collecté et réutilisé demeure faible. Sur les 136 stations d'épuration actuellement en exploitation par l'ONA, seules 18 sont concernées par la réutilisation des eaux usées épurées. Le volume total réutilisé est de 21 millions de mètres cubes, représentant 43% du volume épuré par les 18 Step et environ 10% du volume total épuré par l'ensemble des Step en exploitation.

Les parcelles destinées à être irriguées avec des EUE ne doivent porter aucune culture, autre que celles figurant sur la liste indiquée par l'arrêté interministériel (ministère de l'agriculture et le ministère de santé) du 2 janvier 2012 et dans le respect des dispositions contenues dans le décret exécutif n° 07-149 du 20 mai 2007. La réutilisation agricole à des fins d'irrigation des cultures est soumise au régime de la concession (personne morale ou physique, de droit public ou privé). Au cours de l'année 2015, les quantités mensuelles attribuées aux agriculteurs varient entre 1,6 et 2,1 millions de m³ et sont plus importantes durant la période estivale (figure 15). D'autre part, les EUE peuvent être orientées pour d'autres usages tels que : la recharge de nappes, de lacs ou de réservoirs artificiels, protection contre l'intrusion du biseau salé près des côtes marines, arrosage des espaces verts, lavage des voiture et des voies publiques, utilisation industrielle pour le lavage et le refroidissement des machines et la construction d'ouvrages de génie civil.

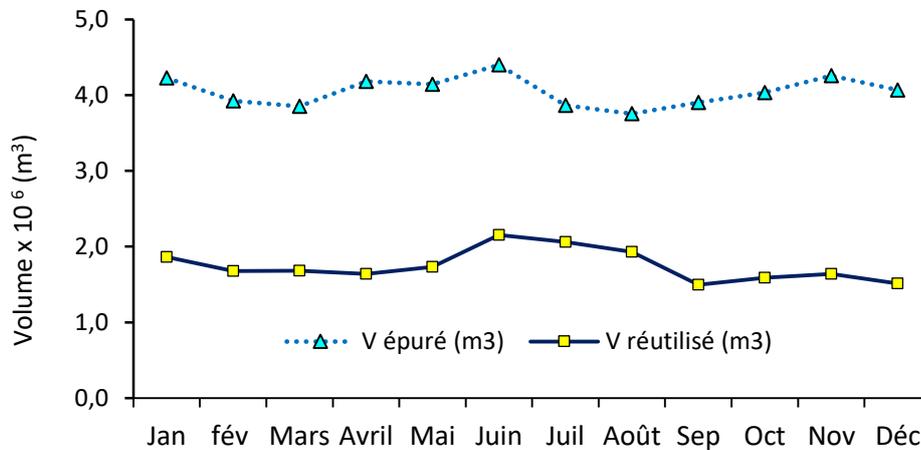


Figure 15. Volumes d'EUE produites et réutilisées dans l'année (ONA, 2015).

II.2.3. Valorisation des boues résiduaires urbaines

Les stations d'épuration urbaines utilisent le procédé biologique basé sur des bactéries naturellement présentes dans le milieu. Les rendements d'épuration exprimés par le rapport teneur en MES à l'entrée et la teneur à la sortie des Step sont variables, ils évoluent entre 25 à Hennancha (Souk Ahras) et 97 à Theniet El Had (Tissemsilt) (Annexe 4). Les Step de Tizi-Ouzou et de Boumerdes réalisent un abattement important de la pollution, allant de 91 à 97%.

La production actuelle mobilisable de BRU générées par l'ONA représente un volume de près de 500000 m³ équivalent à 90000 tonnes de MS. Cette quantité est relativement faible par rapport au potentiel réel existant, estimé à 400000 tonnes (MRE, 2012). Ceci est la conséquence d'un raccordement encore insuffisant des foyers et au nombre important de Step (93) utilisant les procédés de lagunage naturel et de filtre planté. Le lagunage naturel est aussi défini par les termes : "sewage oxydation pond", "étang de maturation". Il consiste à laisser l'eau se reposer dans des bassins ouverts peu profonds de 1 à 5 m de profondeur pendant une durée variant de 30 à 60 jours. Il aboutit d'une part à l'abattement de la pollution et à la stabilisation des boues produites, sous l'action des organismes se développant dans le milieu.

Le tableau à l'Annexe 3, extrait du rapport de l'année 2016 de l'ONA montre que le traitement par boues activées des eaux usées urbaines a généré sous forme de boues 90 002 tonnes de MS sur 59 Step. La figure 16, montre des stations d'épuration des eaux usées urbaines fonctionnelles sous la direction de l'ONA au niveau des wilayas de Boumerdes et Tizi-Ouzou. Pour la direction régionale de Tizi-Ouzou, qui englobe 14 Step à boues activées réparties sur les wilayas de Tizi-Ouzou, Bouira et Béjaïa, la production annuelle de boues était de 2309 tonnes de MS. Pour la direction régionale d'Alger, dont font partie Boumerdes, Blida et Médéa, la production de boues est de près de 3 783 tonnes de MS.



Figure 16. Répartition géographique des Step (★) des wilayas de Boumerdes et Tizi-Ouzou.

La position géographique favorable des Step à proximité de zones agricoles (plaine du Sébaou et plaine de la Mitidja ouest) constitue un atout favorable à la valorisation agricole des boues et des eaux épurées. Alors que, sur d'autres Step (Baraki, Oran, Annaba), le choix de l'ONA est porté sur une valorisation énergétique des boues à savoir la production de biogaz.

L'épandage des boues urbaines sur des parcelles agricoles est une pratique récente, mais qui se développer de manière importante (figure 17). Dans la Step EST de la ville de Tizi-Ouzou, wilaya voisine de Boumerdes, les volumes de boues épandus par les agriculteurs n'ont cessé d'augmenter depuis de 2008 à 2015. Cet intérêt est constaté à partir de 2014 où les boues produites étaient entièrement épandues sur les sols agricoles, contrairement à la période d'avant 2012 où plus de la moitié est restée en stock. Les conclusions d'une enquête préliminaire de terrain auprès des services de l'ONA et des agriculteurs de la vallée du sébaou (près de tizi-ouzou), nous a montré des insuffisances dans le suivi et l'encadrement technique. Les agriculteurs utilisateurs (environ une trentaine) considèrent que les boues épandues apportent autant de nutriments que le fumier de ferme et certains engrais minéraux. Leur choix est motivé par la disponibilité, la facilité d'acquisition et la gratuité des boues. Sur les parcelles, les exploitants témoignent d'une amélioration des rendements réalisés par les cultures, sans montrés d'inquiétudes particulières par rapports aux risques environnementaux et sanitaires éventuels liés à l'application des boues.

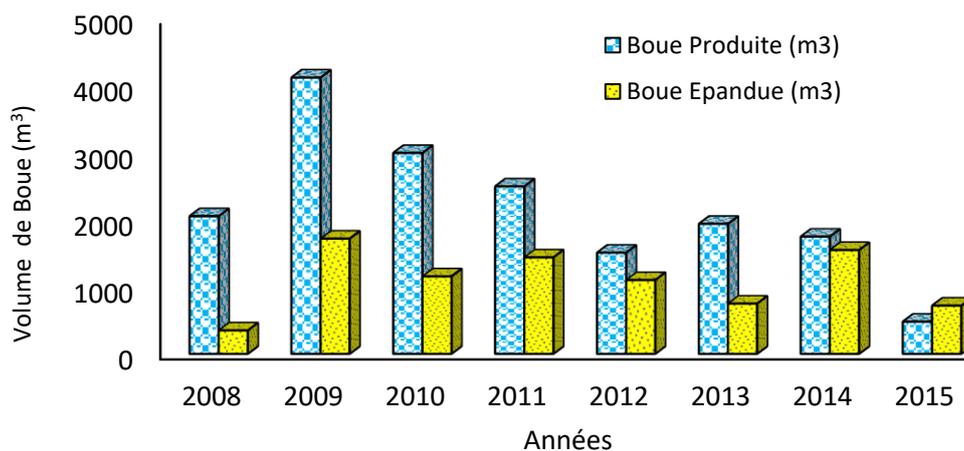


Figure 17. Evolution des volumes de boues produites et épandues à Tizi-Ouzou (ONA, 2015).

II.2.4. Présentation de la Step de Boumerdes

La wilaya Boumerdes compte actuellement trois stations d'épuration des eaux usées urbaines (Step) localisées à Boumerdes, Thénia et Zemmouri dont les caractéristiques sont portées au tableau 21. La réalisation de ses stations d'épurations s'inscrit dans le cadre de la politique concernant la protection du littoral conformément à l'engagement de l'Algérie dans le cadre de la convention de Barcelone (1971 et 1995), réduire la pollution des zones littorales méditerranéennes, protéger et préserver l'écosystème marin. A l'échelle locale, la mise en place des stations d'épurations a pour objectifs aussi : la préservation des ressources hydriques et de l'environnement, la lutte contre toute forme de pollution des eaux, la protection de la santé

publique, la promotion du tourisme, la réalisation des travaux d'infrastructures d'assainissement, de réhabilitation du réseau d'évacuation et de stations de relevage.

Tableau 21. Caractéristiques générales des Step de Boumerdes. (ONA, 2015)

	mise en service	Capacité Eq/hab	Débit moyen (m3/j)	Volume réutilisé (m3/j)	Exutoire naturel
Boumerdes	Jan. 2001	75 000	8000	1230	Oued Tatareg
Thenia	Juil. 2002	35 000	1200	0.00	Oued Boufroun
Zemmouri	Jan. 2002	25 000	1900	0.00	Oued Arrar

La Step de boumerdes (Bmd) a été mise en service en 2001 pour l'épuration des eaux usées provenant de 3 municipalités (Boumerdes, Corso et Tidjelabine) grâce à un réseau d'assainissement de type unitaire, selon les caractéristiques affichées au tableau 22. La Step BMD assure l'épuration des eaux usées issues de l'agglomération de Boumerdes, qui autrefois se déversaient dans l'Oued Tatareg. Selon les données de 2015, cette Step produit en moyenne 6 millions de m3 d'EUE et 800 tonnes de boues. Les EUE et les boues récupérées sont utilisées par les exploitations agricoles faisant partie d'un projet pilote et qui font aussi l'objet de notre étude. Le procédé utilisé pour le traitement est à boues activées à faible charge avec prétraitement, traitement biologique, clarification pour la filière eau, et épaissement, déshydratation mécanique pour la filière boue. Cette Step dispose d'une capacité 75 000 Equivalent Habitant et assure la protection des oueds (oued Tatareg) et le littoral méditerranéen.

Tableau 22. Caractéristiques techniques de la Step de Boumerdes (ONA, 2015)

Paramètre	Unité	Valeur
Capacité de traitement	Eq/hab	15 000
Volume journalier moyen	m ³ /j	15 000
Débit moye horaire	m ³ /h	625
Débit de point de temps sec	m ³ /h	1 063
Débit de point de temps de pluie	m ³ /h	1 944
Charge polluante DBO5	kg/j	4 050
Charge polluante MES	kg/j	5 250
Poids de boues en excès	kg/j	4 374
Siccité des boues	%	15 ± 1

Les eaux épurées et les boues provenant de la Step de la ville de Boumerdes (Bmd) sont utilisées depuis 2002, dans le cadre d'un projet pilote soutenu par le plan national de développement agricole (PNDA). L'objectif principal est la valorisation agricole de la boue et des EUE par l'irrigation et l'amendement des parcelles agricoles de deux exploitations agricoles (EAC n°7

et n°8) d'une superficie totale de 125 ha (figure 18). Les effets agronomiques et environnementaux font l'objet d'une analyse présentée dans le chapitre IV de ce manuscrit.

L'exploitation des EUE et des boues sur l'EAC 7 et 8 a nécessité la mise en place de conduites reliant la station d'épuration (Step) de Boumerdes aux exploitations agricoles. Le volume total des eaux épurées produit de la STEP de Boumerdes est 2 899 599 m³/an, dont le volume réutilisé dans l'agriculture est de : 448 094,4 m³/an, soit 15,45 % du volume total, ce volume est réparti entre ces deux exploitations.

- EAC 7 : volume exploité est 234 260,8 m³ pour irriguer une superficie de 38ha répartie de la façon suivante : Orangers (14ha), Vignes (8 ha), Pomme de terre (2ha), Courgette (2ha), Carotte (Production de Semences) (12 ha).
- EAC 8 : volume exploité est 213 833,6 m³ pour irriguer une superficie de 33ha répartie de la façon suivante : Orangers (9 ha), Vignes (22 ha), Poiriers (2 ha).

La réussite de cette expérience a encouragé l'émergence de projets d'irrigation et de perspectives à long terme. Les motivations de ce type de projet est autant la lutte contre la pollution du milieu (terrestre et marin) que l'amélioration de l'efficacité d'utilisation des ressources hydriques du pays. Les ressources en eau en Algérie sont limitées, vulnérables et inégalement réparties. L'utilisation des EUE constitue une alternative soutenue à l'échelle nationale. A cet effet, le MRE a fixé des perspectives (Tableau 23) de réutilisation au profit de l'irrigation pour les dix années à venir.



Figure 18. Situation de Step urbaine de Boumerdes par rapport aux parcelles étudiées.

Tableau 23. Perspectives de réutilisation des eaux usées pour l'irrigation (MRE, 2012).

	2010	2015	2020	2025	2030
Volume d'eau intercepté (hm ³ /an)	501	708	972	1 208	1 271
Volume d'eau usée épurée (hm ³ /an)	257	399	561	705	762
Surface à irriguer par le EUE (sans Stockage) (ha)	21 773	34 485	48 279	59 876	64 431
Surface à irriguer par le EUE (100% de Stockage) (ha)	36 288	57 476	80 466	99 794	107 385

II.2.5. Conclusion

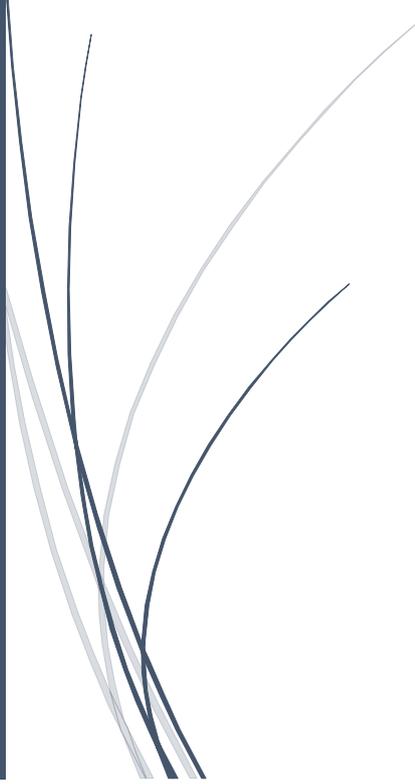
La mise en place de la Step de Boumerdes en 2001 a pour objectif premier la protection du littoral. L'adoption de la valorisation agricole des boues et des EUE permet le recyclage d'éléments nutritifs et d'augmenter les performances de production des terres agricoles. A l'échelle de la nation seule 10% des EUE et 25% des boues urbaines produites sont valorisées en agriculture. Cependant, l'intérêt grandissant exprimé par les agriculteurs et les perspectives de traitement des eaux usées présage un fort développement.

Le projet pilote développé à Corso de valorisation agricole des boues et des EUE, constitue d'une part une option dans la conduite culturale et un exemple adopté par d'autres agriculteurs dans les d'autres wilayates d'Algérie. D'autres parts c'est une opportunité scientifique importante pour mesurer les effets à long terme sur les sols agricoles dans l'objectif de la préservation des ressources naturelles et d'un développement agricole durable.



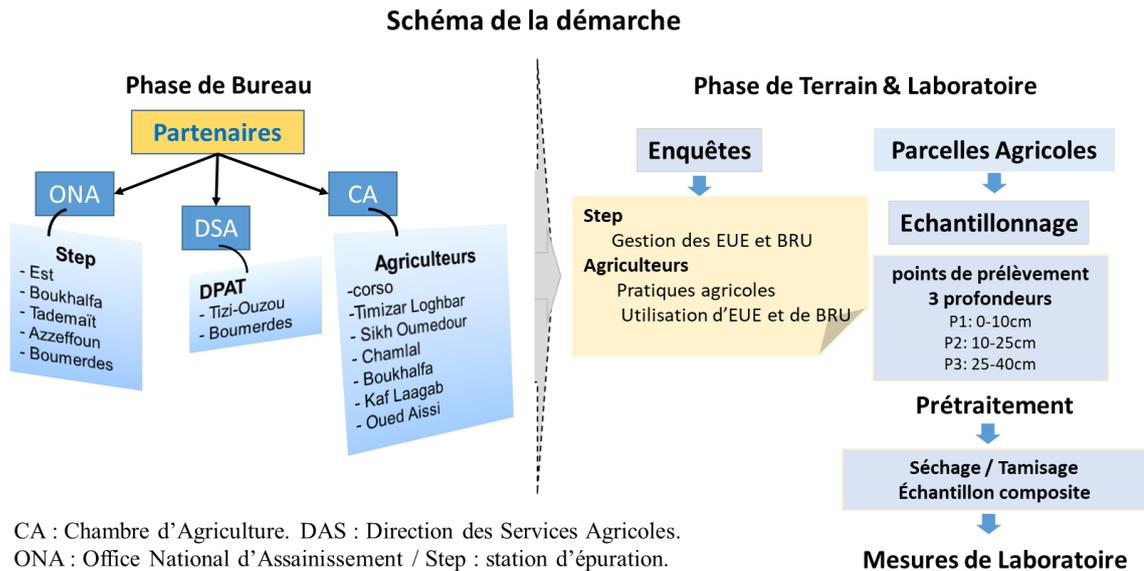
CHAPITRE III.

*Matériel
Et Méthodes*



III.1. Echantillonnage des sols et des boues.

L'échantillonnage des parcelles de Corso près de Boumerdes a été précédé par un travail de prospection (enquêtes et questionnaire) réalisé en étroite collaboration avec les services agricoles, de l'Office National d'Assainissement, des techniciens des stations d'épurations et des agriculteurs de EAC n° 7 et n°8. La figure 19, présente de façon schématique la démarche adoptée dans notre travail de recherche.



CA : Chambre d'Agriculture. DAS : Direction des Services Agricoles.
 ONA : Office National d'Assainissement / Step : station d'épuration.

Figure 19. Démarche adoptée dans notre travail.

Le choix des parcelles a été fait sur la base du critère d'application des BRU ou/et des EUE des Step. L'épandage des boues sur des terres agricole, est une pratique récente, elle est devenu possible suite à la reprise d'activité d'anciennes stations et le lancement dès l'an 2000 de nouvelles stations par l'ONA. Le prélèvement des échantillons de sol a été effectué durant le mois d'Avril 2013 et il a touché 5 parcelles agricoles réparties entre les EAC n° 7 et n°8 (figure 20). Les parcelles étudiées sont représentatives d'un ensemble d'exploitations agricoles collectives et individuelles (EAC, EAI) pratiquant la viticulture dans la commune de Corso à Boumerdes. Les parcelles étudiées se situent à une altitude comprise entre 26 et 29 m, une longitude comprise entre 3° 25' 26'' E et 3° 25' 42'' E et une latitude comprise entre 36° 45' 32'' N et 36° 45' 40'' N.

Le site offre une bonne opportunité de comparaison entre les effets induits sur le sol par les EUE et les BRU. L'utilisation de ses effluents urbains a débuté en 2002 avec la mise en place d'une voie d'adduction des eaux dans le cadre d'un projet pilote soutenu par le plan national de développement de l'agriculture (PNDA).



Figure 20. Situation géographique des parcelles étudiées (source : Google Earth, 2013).

Les informations recueillies auprès des agriculteurs font état des épandages de boues réalisés durant les campagnes agricoles 2002-2003, 2004-2005, 2007-2008 et 2010-2011. Globalement, les doses épandues sont estimées approximativement entre 15 et 20 tonnes/ha. Les échantillons de sols ont été prélevés le mois d’avril 2013, dont un état d’humidité adéquat (légèrement inférieure à la capacité au champs) à partir de fosses de dimensions approximativement de 1x1x0,6 m, ceusée à la pioche. Trois profondeurs ont été prospectées : 0-10cm (**p1**), 10-25cm (**p2**) et 25-40cm (**p3**) et qui représentaient la partie du profil pédologique la plus colonisée par le système racinaire des pieds de vignes (figure 21). Les points de prélèvement ont pour objectifs de caractériser des sols exploités de façon déterminée, ils sont choisis après observation du terrain (topographie, pente et exposition) et la collaboration de l’exploitant agricole de façon à couvrir l’hétérogénéité des parcelles et en tenant compte de l’application de la boue et des EUE. Cinq (05) parcelles agricoles (figure 20) étudiées portant par commodités les indications suivantes :

- **S-SS**, parcelle amendée aux boues résiduaires urbaines
- **S-TW**, parcelle irriguée à l’eau usée épurée
- **S-STW**, parcelle où l’eau usée et la boue sont employées simultanément
- **S-WR**, parcelle irriguée à l’eau de rivière
- **S-NA**, parcelle témoin sans apports (ni eaux usées épurées, ni boues)

Les échantillons de sols analysés destinés aux analyses de laboratoires sont des échantillons composites issus de points de prélèvement sur la parcelle. La culture pratiquée sur le site est la vigne de la variété *dattier de Beyrouth*. L’itinéraire technique suivi, est d’un niveau de technicité moyen et le système d’irrigation utilisé est le goutte-à-goutte à partir d’un bassin.



Figure 21. Position et profondeurs de prélèvement des échantillons de sols.

III.1.1. Prétraitement des échantillons des sols

Les échantillons de sols reçus au laboratoire sont séchés à l'air libre. L'étape d'homogénéisation est généralement couplée avec l'étape de broyage et de tamisage de l'échantillon selon la norme NF ISO 11464 (2006). Un premier tamisage réalisé à sec avec un tamis de 2mm, les échantillons sont par la suite étiquetés, conditionnés dans des boites et stockés. Les analyses préconisées sur cette fraction sont la détermination de la composition granulométrique, le pH, la CE, et les matières organiques. La fraction de sol destinée à la détermination des ETM a été broyée au mortier (mortier en agate) et tamisée à 0,160mm juste avant d'être analysés (figure 22). Avant analyse, un séchage à l'étuve de l'échantillon est fait pour une normalisation des pesées.



Figure 22. Prétraitements (séchage/tamisage) des échantillons de sols et de la boue.

III.1.2. Prétraitements des échantillons de boues

L'ensemble des échantillons ont été prélevés en avril 2013 dans les lits de séchage. La gamme d'échantillons est séchée à température ambiante puis stocker à 4°C. Un tamisage à travers un tamis de 2mm est appliqué pour chaque échantillon composite dans l'objectifs est d'éliminer les impuretés grossières : les racines, les pierres, les tissus et les plastiques. La taille des particules de boues est par la suite réduite de façon manuelle dans un mortier à agate et passée à travers un tamis de 160 µm. A l'issue de cette étape de prétraitement, les échantillons sont stockés dans des boites en plastiques en attendant les analyses antérieures.

III.2. Paramètres analytiques mesurés

III.2.1. Granulométrie des sols

L'analyse consiste à séparer la partie minérale du sol en catégories classées d'après la dimension des particules et à déterminer les proportions relatives de ces catégories (Mathieu et Pieltain, 2003). Pour cela, nous avons procédé par la méthode internationale de la pipette de Robinson. Cette méthode est pratiquée sur la terre fine, après destruction de la matière organique par de l'eau oxygénée (H₂O₂), un oxydant énergétique.

III.2.2. Densité apparente (Da)

La densité apparente est un paramètre important dans les études portant sur la structure du sol. Elle est, en effet, liée à la nature et à l'organisation des constituants du sol (Clément et Pieltain, 2003). Elle permet, en outre, de déterminer la porosité et d'apprécier la perméabilité, la résistance à la pénétration des racines. La méthode appliquée est celle du cylindre d'un volume connu et se base sur le rapport poids (sec à 105°C) et volume de l'échantillon prélevé sur le terrain (figure 23). La densité apparente s'exprime en g.cm⁻³.

Da= P/V où: **P**: poids sec de l'échantillon **V**: le volume du cylindre



Figure 23. Prélèvement d'échantillon pour la détermination de la densité apparente.

III.2.3. pH-eau

La mesure du pH est fait à l'aide d'un pH-mètre (type Cyberscan 510), ce dernier dispose de 3 électrodes une électrode pH, une électrode CE et une électrode Eh. On réalise une suspension de terre fine (rapport 1/5). On pèse 20g de terre fine séchée dans un bécher, on ajoute 100ml de l'eau ultra pure et l'ensemble est agité par retournement pendant 24h (figure 23ab). Un baron aimanté est introduit dans le mélange sol-eau, pour maintenir l'agitation, le pH est relevé avec un pHmètre préalablement étalonné et après stabilité de la lecture (figure 23c). L'acidité, la neutralité ou l'alcalinité d'une solution aqueuse, donne une expression de la concentration en ions H^+ (Mathieu et Pieltain, (2003).

III.2.4. Conductivité Electrique (CE)

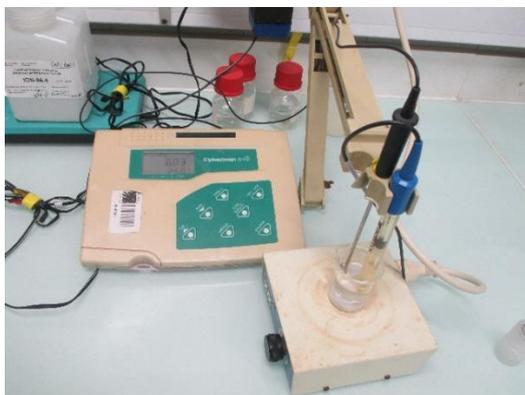
La conductivité électrique (CE) a été mesurée sur une solution aqueuse de rapport solide-liquide de 1:10 (10g de terre fine dans 100ml d'eau ultra pure) filtrée à 0,45 μm . Les mesures de CE obtenues après étalonnage du conductivimètre (figure 22d) et stabilité de la lecture sont exprimées en $\mu S/cm$ (micro seimes / centimètre).



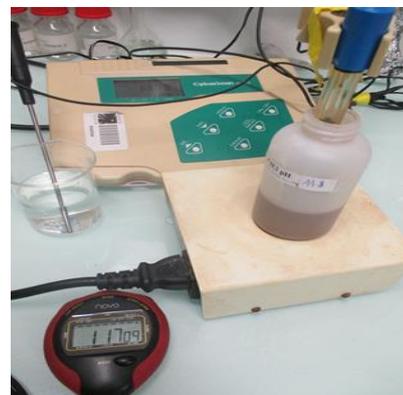
(a) Agitateur par retournement.



(b) Echantillon dissout dans l'eau.



(c) pH- mètre



(d) Conductivimètre

Figure 23(a,b,c,d). Appareillage et solutions aqueuses en phase de préparation ou de mesure des paramètres physico-chimiques.

III.2.5 Bilan ionique

Le bilan ionique a été réalisé au laboratoire PROTEE à l'aide d'une chromatographie ionique (Dionex DX 120 couplé à un échantillonneur automatique As-40) (figure 24). La technique est basée sur les propriétés des résines échangeuses d'ions qui permettent une fixation sélective des anions et des cations présents dans une solution. L'échantillon à analyser est injecté dans une colonne analytique à résine échangeuse d'ions, par petites quantités et les ions sont fixés sélectivement sur la colonne chromatographique.

Sur la résine conditionnée circule en permanence un éluant, au bout d'un certain temps, l'éluant (phase mobile) va libérer les ions de l'échantillon, remplacés par ceux de l'éluent en fonction de leur taille, de leur charge, de leur polarité et de leur degré d'hydratation. Chaque espèce ionique est ainsi séparée est détectée par conductimétrie à la sortie de la colonne. La concentration de l'espèce ionique dans la solution est directement proportionnelle à la conductivité, elle est déterminée par comparaison à des standards préétablis d'anions et cations après établissement de la droite de calibration (Figure 25).

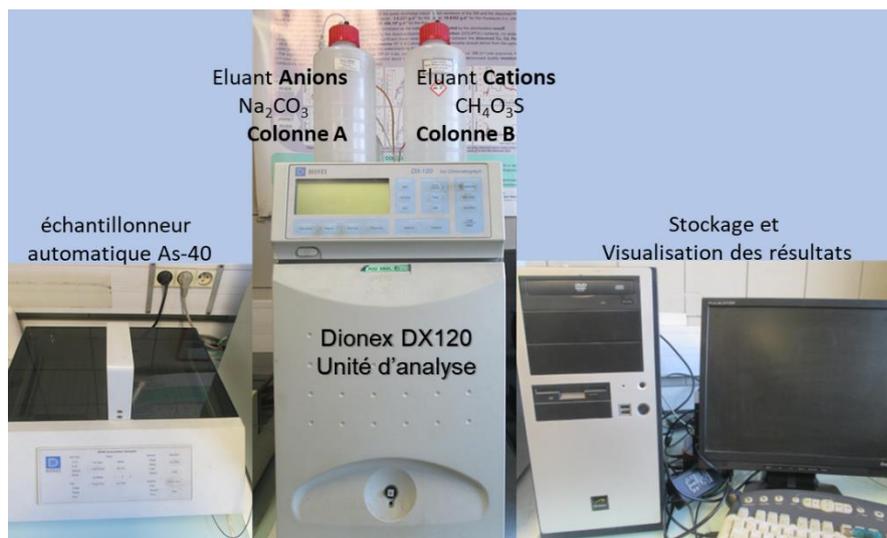


Figure 24. Appareil de Chromatographie Ionique (Dionex DX 120) couplé à un échantillonneur automatique (AS-40).

La Chromatographie ionique est une méthode particulièrement bien adaptée à l'analyse ions majeurs. On utilise des colonnes différentes pour analyser les anions et les cations. Le principe de la chromatographie d'échange d'ions est basé sur la séparation par interaction sur une résine. Le partage se fait en fonction de la charge. La phase stationnaire est un solide comportant des groupements fonctionnels ionisés, fixes, neutralisés par un contre ion mobile. La phase mobile comporte des ions de même signe qui pourront s'échanger avec les contre ions : (i) éluant cations : Acide Méthane Sulfonique $\text{CH}_4\text{O}_3\text{S}$ à $1,3\text{mg.L}^{-1}$ (20 mM) ; (ii) éluant anions : Na_2NO_3 à 950mg/L (9,0 mM).

Les analyses réalisées ont porté sur les solutions aqueuses obtenues par le rapport solide-liquide de 1/10 des échantillons de sols agricoles, de la boue résiduaire et des EUE de la Step de Boumerdes. Les ions déterminés : Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Cl^- , F^- , NO_3^- , NO_2^- , HPO_4^{--} , SO_4^- . Ces ions sont ‘conservatifs’ c’est à dire que leur abondance n’est pas modifiée en fonction du temps dans les conditions normales de stockage des solutions : flacon bien fermé et congelés.

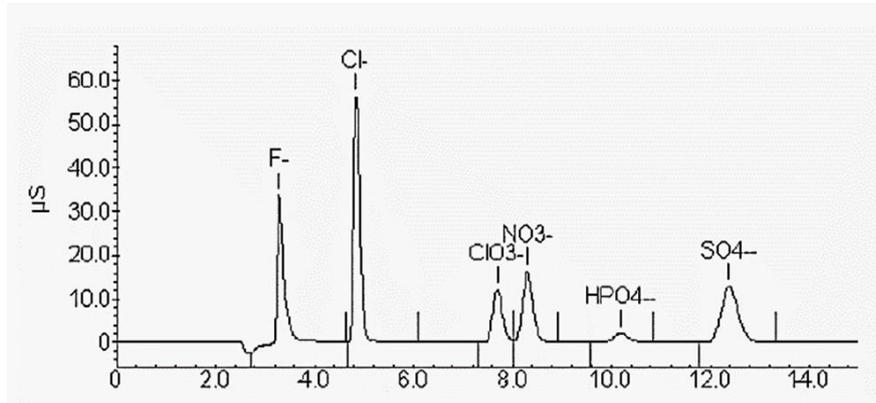


Figure 25. Spectre de Chromatographie ionique présentant les pics relatifs aux anions.

III.2.6. Capacité d'Echange Cationique (CEC)

La CEC d'un sol correspond à la quantité de charges positives de cations susceptibles d'être fixés, de façon réversible, sur les sites chargés négativement du complexe adsorbant. On distingue les sites à charges permanentes dont le nombre varie peu avec les conditions de milieu (minéraux argileux) et les sites à charges variables (matière organique) dont la quantité est fortement liée au pH.

La détermination de la CEC a été faite par la méthode de Cobalthexamine. Les ions cobalt absorbent une radiation de 473 nm de longueur d'onde, les dosages du cobalt restants dans les filtrats ont été déterminés par spectrophotométrie UV (Norme AFNOR 31-130, 1999).

Cette méthode se base sur l'établissement d'une droite de calibration formée par 4 étalons aux concentrations suivantes : $0,5 \times 10^{-3} \text{M}$; $2 \times 10^{-3} \text{M}$; $10 \times 10^{-3} \text{M}$; $15 \times 10^{-3} \text{M}$. L'acquisition de l'absorbance UV-visible a été réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-1800 (Shimadzu) équipé d'un système photométrique à double faisceau optique, l'un traversant une cellule référence et l'autre traversant une cellule échantillon.

III.2.7. Matières Organiques

III.2.7.1. Matières Organiques Extractibles à l'Eau (WEOM)

L'analyse des matières organiques dans les sols, la boue et les eaux usées épurées a été réalisée au laboratoire PROTEE. Cette analyse comprend un aspect quantitatif et un aspect qualitatif.

L'aspect quantitatif consiste en la détermination dans les solutions d'extraction de la teneur en carbone (carbone organique et le carbone inorganique). L'analyse d'absorbance UV-visible représente l'aspect qualitatif de caractérisation des propriétés optiques des matières organiques.

Les matières organiques extraites à l'eau ont été déterminées sur une solution aqueuse du rapport 1/10 : 10g d'échantillon de sols ou de boue dissoutes dans 100ml d'eau ultra pure (Eau Milli-Q). Le mélange solide-liquide est mis en agitation par retournement pendant 24h à température ambiante (figure 23b). Après 4h de décantation, une centrifugation à 2800tr/mn pendant 15mn et une filtration du surnageant à l'aide d'un filtre à 0,45µm de cellulose, les solutions d'extractions sont conservées à 4°C après azidification avec 30µl de NaN₃. L'ajout de l'Azide est préconisé pour inhiber toute activité biologique de nature à modifier la structure des matières organiques.

Le filtre de 0,45µm, permet de recueillir le carbone lié aux molécules organiques dont la taille est inférieure à celle de la phase particulaire et est composé de petits organismes bactéries, micro algues, ligand organo-minéral, des acides humiques, et de composés simples comme les carbohydrates, les glucides et les lipides. Les mesures de carbone sont réalisées sur le filtrat à l'aide d'un *Total Organic Carbon Analyser* TOC-VCSH (Shimadzu) dont le fonctionnement est présenté dans le paragraphe ci-dessous.

III.2.7.1.2. Carbone Dissout dans l'Eau.

La détermination de la teneur en carbone des extraits 1:10 des échantillons, est faite grâce à un TOC-V (Shimadzu) couplé à un passeur d'échantillons ASI-V pour la fraction dissoute (figure 26). C'est une technique quantitative permettant de doser du Carbone Inorganique Dissout (CID) et du Carbone Total Dissous (CTD). Avant d'entreprendre l'analyse d'une séquence d'échantillon, le TOC-mètre est calibré à l'aide de deux solutions de teneur en carbone connue. Ainsi deux solutions sont préparées :

- 1- pour le carbone total (CT), c'est une solution composée à partir de l'hydrogénophthalate de Potassium (C₈H₅KO₄ ; Fisher Scientific Analytical Reagent Grade) ; 1,0625g et de 500ml d'eau Milli-Q, soit 1000mg de carbone par litre.
- 2- pour le carbone inorganique (CI), on utilise une solution composée de d'hydrogencarbonate de sodium (NaHCO₃ ; Fisher Scientific Analytical Reagent Grade) (0,875g) et de carbonate de sodium (Na₂CO₃ ; Fisher Scientific Analytical Reagent Grade), (1,1025g) dans 250ml d'eau Milli-Q, soit 1000mgC/L.

L'appareil dispose d'un préleveur automatique. Une aiguille aspire, à partir des flacons du passeur automatique, les solutions étalons, les échantillons et l'eau Milli-Q pour les phases de

rinçage. Un nombre d'analyses par paramètre est programmable, ainsi que la dilution automatique dans le cas d'échantillons trop chargés en carbone.

Un volume de 100 μL du filtrat est utilisé pour la détermination de la concentration en carbone des échantillons.

Pour le carbone total, l'échantillon est introduit sous un flux d'oxygène dans un four contenant un catalyseur (billes d'alumine recouvertes de platine) porté à 680°C. Il s'agit d'une oxydation catalytique à haute température. Sous ces conditions, une conversion des composés carbonés en CO_2 gazeux se produit. Le CO_2 est entraîné par un courant d'oxygène vers une cellule de détection à infrarouge non dispersif (NDIR) préalablement étalonnée. La quantité de carbone, est proportionnelle à l'aire du pic mesurée de CO_2 détecté par infrarouge. La concentration du CTD est ensuite déterminée à l'aide d'une droite de calibration réalisée à partir de la solution étalon mère préparée (0 à 50 mgC/L).

Le carbone inorganique (CI) est déterminé par ajout de l'échantillon dans un réacteur dédié contenant de l'acide phosphorique (H_3PO_4) dilué à 85 %. Le CO_2 produit est entraîné par le flux d'oxygène vers une cellule de détection NDIR. L'aire du pic obtenu permet de déterminer la concentration en carbone inorganique grâce à une droite d'étalonnage réalisée avec la solution mère préparée (0 à 100 mg de carbone par litre).



Figure 26. Analyseur TOC-V (SHIMADZU) couplé à un passeur d'échantillons ASI-V.

Des étalons de CI (5mgC/L) et CT (10mgC/L) sont ajoutés dans la séquence d'analyse des échantillons pour pouvoir vérifier la fiabilité de la réponse de l'appareil tout le long de la période de fonctionnement. Plusieurs mesures peuvent être faites sur un échantillon de façon automatique, et les 3 valeurs consécutives (triplicats) présentant une déviation standard moyenne inférieure à 2% sont retenues comme concentration en carbone dans l'échantillon.

Enfin les mesures du carbone total (CT) et du carbone inorganique (CI) permettent de calculer le carbone organique dissout (COD) à partir de l'équation suivante : $COD = CTD - CID$

III.2.7.1.3. Le Carbone organique Particulaire

La matière organique contenue dans les échantillons de sol et de la boue urbaine a été aussi mise en évidence par une analyse sur solide par le CHNS (Shimadzu, Flash 2000). La technique présente l'avantage de doser deux éléments, le carbone et l'azote, lors d'une même analyse. Elle permet de mesurer le carbone organique sans passer par le carbone inorganique et le carbone total, tel qu'il est préconisé par d'autres méthodes. Cette méthode décrite dans la norme NF ISO 10694 pose moins de problèmes d'hygiène et de sécurité. L'analyse avec cet appareil est faite sur une très faible prise d'essai, 50mg dans le cas des sols et 10mg dans le cas des échantillons de boues. Les échantillons sont broyés, tamisés à 250 μm , séchés et la prise d'essai est faite avec une balance de précision.

Cette analyse par combustion totale utilise deux tubes installés en série, le premier tube est le siège de la réaction d'oxydation et le deuxième celui de la réaction de réduction. Un apport en excès d'oxygène est apporté lors de la chute de l'échantillon dans le tube de combustion.

Le système d'analyse est pourvu d'un catharomètre qui détecte les variations de conductivité thermique des flux gazeux, liés à l'Hélium ainsi que les gaz dégagés par la combustion de l'échantillon (dioxyde de carbone et azote moléculaire). Pour chaque mesure l'échantillon est pesé dans une capsule d'étain correctement refermée avant d'être introduite dans le passeur. Les capsules d'étain ont la propriété d'augmenter rapidement la température à 300°C (phénomène de la "combustion flash". La série d'analyse est toujours accompagnée d'un étalon, d'acide éthylène-diamine-tétraacétique (EDTA), qui permet d'évaluer la qualité des mesures affichées.

III.2.7.1.4. Absorbance UV-Visible des MOD

L'acquisition de l'absorbance UV-visible a été réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-1800 (Shimadzu) équipé d'un système photométrique à double faisceau optique. Les solutions aqueuses sont portées par des cuves en quartz d'un trajet optique de 1cm et le spectre d'absorbance est acquis dans l'intervalle de 200 à 800nm avec un pas de 0,5nm. Dans le souci de minimiser la concentration des artéfacts, une dilution des solutions est préconisée lorsque l'absorbance à 200nm est perturbée ou supérieure à 2.

La procédure opérationnelle de mesure de l'absorbance des fractions de matières organiques, débute par l'établissement d'une ligne de base. Cette étape consiste à faire une lecture

d'absorbance en utilisant deux cuve en quartz remplies du solvant de référence (Eau Milli-Q) afin d'écarter l'absorbance de la cuve ou du solvant (figure 27).

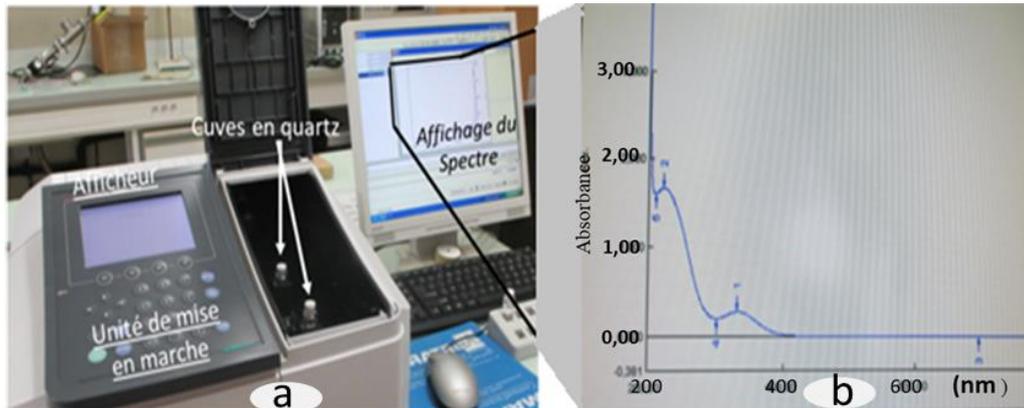


Figure 27. Spectrophotomètre UV (a) et exemple de spectre d'absorbance (b) des MOD.

Les spectres obtenus représentent les propriétés d'absorbance des matières organiques dans le domaine d'observation de 200 à 800nm (figure 34b). Toutefois des interférences avec certaines espèces minérales sont signalées. En effet, des auteurs ont observé que les ions nitrates sont en mesure d'absorber en UV dans l'intervalle de longueurs d'onde compris entre 200 et 300 nm. (Achour, 2008 ; Violleau, 1999).

Dans notre analyse nous avons retenu l'intervalle de 200 à 500nm qui présente une variabilité de réponse en fonction des échantillons. Excepté la Fraction Non Humifiée (FHN) des matières organiques qui présentent un spectre avec une forte absorbance près de la longueur d'onde 350nm, les autres fractions de matières organiques enregistrent une allure similaire des spectres avec une croissance de l'absorbance en allant de 200nm à 500nm (Hassouna et *al.*, 2010 ; McKnight et *al.*, 2001 ; Vergnoux et *al.*, 2011). Cependant, les spectres peuvent montrer aussi de légères inflexions et épaulement, ce qui pourrait indiquer la présence de chromophores spécifiques aux fractions de MOD comme les Acides Humiques et Fulviques.

Pour discriminer les MOD dans l'eau des sols et de la boue sur le plan de leurs propriétés optiques, deux indices ont été calculés, il s'agit : du SUVA 254 (Specific UV Absorbance) et Indice E2/E3 (rapport de l'absorbance (E2) à 250nm et de l'absorbance (E3) à 365nm).

III.2.7.1.4.1. Indice SUVA254 (Specific UV Absorbance)

L'indice d'absorbance spécifique à la longueur d'onde 254nm traduit l'aromaticité des matières organiques (Chen et *al.*, 1977; Chin et *al.*, 1994; Peuravori et Pihlaja, 1997). Weishaar et *al.* (2003) montrent que la valeur de l'indice spécifique d'absorbance SUVA254, (l'absorbance à

la longueur d'onde 254nm) est fortement corrélée ($r^2 > 0.97$) à l'aromaticité, déterminée par RMN-C¹³ (Résonance magnétique nucléaire) à un nombre important d'acides humiques.

$$SUVA_{254} = \frac{A_{254}}{COD * d}$$

A₂₅₄ : absorbance à 254nm,

DOC : teneur en carbone organique

d : le trajet parcouru par le rayon UV (m). dissout (mg/l) de l'échantillon.

III.2.7.1.4.2. Indice E2/E3.

Cet indice est déterminé par le rapport de l'absorbance (E2) à 250nm et de l'absorbance (E3) à 365nm. Il a notamment été montré que le degré d'humification des MOD pouvait être estimé par ce rapport des absorbances (Peuravori et Pihlaja, 1997). Ce ratio entre deux absorbances spécifiques peut donner des informations utiles et il est communément utilisé dans le domaine des analyses des matières organiques en milieu aquatiques pour la comparaison des propriétés optiques des composés organiques dissouts. Le rapport E2/E3, entre l'absorbance à 250nm et 365nm décroît quand l'aromaticité ou la taille des molécules humiques dissoutes diminue (Peuravuori et Pihlaja, 1997).

$$E2/E3 = \frac{Abs\ 250}{Abs\ 365}$$

III.2.8. Concentration des Eléments Traces Métalliques (ETM)

III.2.8.1. Introduction

Le protocole d'extraction séquentiel (PES) adopté, pour l'étude des métaux au sein des échantillons de sols et de la boue, est une technique essentielle largement utilisée pour déterminer la distribution des métaux dans les différentes phases porteuses. Le PES présente un aspect d'extraction séquentiel sélectif, appelé aussi protocole de spéciation (Templeton et *al.*, 2000). La procédure d'analyse utilisée est inspirée des travaux de Tessier et *al.* (1979), qui constitue une référence en termes méthodologique et a été très utilisée par les pédologues pour la caractérisation de la mobilité des métaux lourds dans les sols.

Il est largement admis que la toxicité et la mobilité des polluants sont liées à leurs formes chimiques et leurs états de liaisons (précipitation avec d'autres minéraux, complexations avec des ligands organiques et inorganiques comme présenté dans la figure 7). En outre, les changements des conditions du milieu, telles que l'acidification, le changement du potentiel redox ou l'augmentation de la concentration des ligands organiques, peuvent être à l'origine de la mobilisation et le passage des métaux des phases solides à la solution du sol et favoriser la

contamination des plantes, des eaux superficielles et profondes. D'où la nécessité de connaître les sites hôtes (ou les phases porteuses) pour bien comprendre les processus d'évolution géochimiques et évaluer la remobilisation potentielle et les risques de diffusion dans le milieu.

Le protocole est constitué d'une suite d'étapes basées sur une utilisation rationnelle de réactifs chimiques et choisis pour solubiliser successivement les différentes phases minérales et organiques considérées responsables de la rétention d'une large gamme de métaux. D'un point de vue pratique, cette approche permet de simuler par l'action des réactifs les conséquences probables des diverses modifications naturelles et/ou anthropiques des conditions du milieu. L'action des réactifs détruit l'agent liant entre les métaux et la fraction solide du sol. Les résultats permettront d'acquérir des informations sur la teneur des métaux en fonctions des phases porteuses et leur potentiel de lixiviation et de disponibilité environnementale.

III.2.8.2. Procédure de l'extraction séquentielle

L'un des protocoles les plus utilisés a été mis en place par Tessier et *al.*, en 1979. Le schéma fait appel à 5 phases, et permet d'extraire les éléments traces liés aux fractions porteuses à l'aide de réactifs dans un ordre bien défini et dans l'ordre de solubilité décroissant des métaux.

Compte tenu de la diversité des procédures existantes et le manque d'uniformité dans les différents protocoles utilisés, en 1987, le programme de la CE au sein du Bureau de Référence Communautaire (BCR) a lancé un projet pour harmoniser les mesures des teneurs extractibles des éléments traces dans les sols et les sédiments (Quevauvillier et *al.*, 1994). Un schéma d'extraction séquentielle BCR des métaux est établi dans le cas de sols contaminés. Une description détaillée des conditions d'utilisation de chaque étape ainsi que la préparation de solutions d'extraction est donnée pour éviter toute différence qui pourrait nuire à l'application de la procédure. La version retenue de l'extraction BCR est appropriée pour l'analyse des échantillons et se déroule en 4 phases (*Annexe 5*). Dans les paragraphes ci-dessous, il est présenté une description concise des différentes fractions susceptibles de porter les différentes formes chimiques d'ETM dans les sols et les sédiments.

III.2.8.3.1. Fraction échangeable

Les proportions de métaux extraites durant cette phase sont celles faiblement retenus dans le sol ou la boue. Elle regroupe les ETM retenus par les liaisons de type électrostatique et qui dans l'échantillon peuvent être libérés par processus d'échanges et remplacés avec d'autres cations. Les particules argileuses constituent un compartiment d'échange et de rétention des métaux dans le sol. La fraction échangeable est potentiellement mobile, biodisponible et à forte capacité de toxicité dans l'environnement.

III.2.8.3.2. Fraction Acido-soluble

Cette fraction est sensible aux modifications de pH, et la libération des métaux est obtenue suite à la dissolution du matériau solide dans une solution à pH 5. Les réactifs appliqués dans cette phase sont des acides faibles et permettent d'extraire la fraction de métaux essentiellement liée aux carbonates dans le sol. L'acide Ethylène Diamine Tétra-Acétique (EDTA) est aussi quelque-fois utilisé dans des cas particuliers tels que l'étude des boues résiduaires et des sols pollués en plomb et dans les sites de recyclage de batteries (Gleyzes et *al.*, 2002). En raison de sa capacité de complexation, ce réactif est moins spécifique que l'acide acétique et la solution d'acétate, mais il est plus apte à extraire les métaux liés aux matières organiques.

III.2.8.3.3. Fraction Réductible

Cette fraction porte les métaux associés aux différentes formes cristallines des Oxy-hydroxydes de Fer, d'aluminium et de Manganèse. La dissolution des oxydes métalliques est fonction de la maîtrise du Eh et du pH des réactifs utilisés (Gleyzes et *al.*, 2002). Les réactifs associés sont ceux qui contiennent au même temps un composé réducteur et un ligand à retenir les ions libérés sous forme soluble. Les plus utilisés de ces réactifs sont le chlorhydrate d'hydroxylamine ($\text{HONH}_2 \cdot \text{HCl}$) l'acide oxalique ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$) et la Dithionite de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$).

III.2.8.3.4. Fraction oxydable liée aux matières organiques

Les métaux peuvent être liés à de nombreuses formes de matières organiques, tels que les micro-organismes, les revêtements organiques des particules minérales et les substances humiques. Sous les conditions d'oxydations, ces matières organiques tendent à se dégrader entraînant la libération des ions métalliques adsorbés. Les réactifs tels que l'hydroxyde d'hydrogène (H_2O_2) sont fréquemment utilisés dans les protocoles d'extraction, associées à l'acétate d'ammonium (NH_4OAc) pour maintenir les métaux en solution.

III.2.8.3.5. Fraction résiduelle.

Les minéraux primaires et secondaires (argiles) peuvent contenir naturellement des métaux dans le réseau cristallin et cette fraction, représente en partie le fond géochimique local. L'extraction est réalisée par digestion avec des acides forts, tels que, HF (acide fluorhydrique), HClO_4 (Acide perchlorique), HNO_3 (Acide nitrique), HCl (Acide chlorhydrique) et l'eau régale. La quantité de métaux associés à cette fraction est également considérée comme étant la différence entre la concentration totale et la somme des fractions extraites au cours du PES décrit. Cependant Gleyzes et *al.*, (1999) considèrent que cette procédure (par calcul de

soustraction) ne permet pas une évaluation satisfaisante. A cet effet nous avons réalisé une extraction successive (en cascade) de toutes les phases porteuses de métaux dans le sol.

III.2.8.4. Protocole d'Extraction Séquentielle adopté

Dans ce travail, le PES est inspiré de Tessier et *al.*, (1979) avec des modifications portées sur le choix des réactifs et des conditions de contact avec les substrats solides étudiés . Les étapes du protocole suivi sont résumées au tableau 24 et l'annexe 6.

Tableau 24. Récapitulatif des étapes du protocole d'extraction séquentielle adopté

Fractions	Réactifs	Conditions d'extraction
Fraction hydrosoluble (F-wat)	Eau Milli-Q	Ratio de 1/10, et un temps de contact de 24h avec agitation à température ambiante.
Fraction échangeable et acido-soluble. (F-ac)	20ml KNO ₃ (1mol/l)	agitation 16h ; pH5
	ajout de 16ml CH ₃ COO Na 1mol/l	agitation 3h. à température ambiante. pH5
Fraction réductible (F-red)	40ml HO – NH ₂ , HCl à 0.25 mol/l.	à 65°C et une agitation de 2h ; pH2
Fraction oxydable (F-oxi)	10ml H ₂ O ₂ 30 %, et 6ml HNO ₃ à 0.02 mol/l	à 85°C et une agitation de 2h ; pH2
	ajout de 10ml H ₂ O ₂ 30 %,	agitation de 3h pH2
	après refroidissement ajout de CH ₃ COONH ₄ à 3.2 mol/l	agitation de 30mn. pH2
Fraction résiduelle (F-res)	eau régale HNO ₃ (1/4) et HCl (3/4)	à 120°C et puissance de 900w pendant 40mn.

La procédure de récupération des solutions d'extraction de chacune des étapes, consiste en une séparation par centrifugation du mélange échantillon-réactifs à 2500tr/mn pendant 15mn et une filtration à 0,45 µm. Le résidu restant dans le Corning est dilué dans 40ml d'eau Milli-Q, il subit une agitation par retournement pendant 1h, puis centrifugé à 2500tr/mn pendant 15 mn. L'eau de rinçage est jetée et le résidu restant sera utilisé pour l'extraction de la fraction suivante. La fraction résiduelle extraite à la dernière étape nécessite un séchage du résidu à 35°C jusqu'à stabilisation du poids et évaporation de l'excès d'humidité. L'extraction est faite sur une prise de 0,2mg d'échantillons de sol ou de la boue à l'aide d'eau régale (HCl (3/4) ; HNO₃ 1/4), dans des tubes en téflon (figure 28a) dans un four micro-ondes (Multiwave 3000-Anton Paar) en condition de pression et de température contrôlées (figure 28cd).

Avant de lancer la digestion des échantillons, une phase de préparation est nécessaire. Durant cette phase, les tubes réacteurs sont mis dans le four et subissent un cycle de nettoyage : 6 ml de HNO₃ 69 % sont placés dans le tube à réaction (téflon) puis une séquence de minéralisation

est lancée, comportant, une montée en puissance de 10 minutes jusqu'à 1000 W suivie d'un palier de 5 minutes à 1000 W et d'une phase de refroidissement de 20 minutes (figure 28b).

L'ensemble des solutions d'extraction des 4 étapes sont immédiatement stockées à l'abri de la lumière à 4°C dans des tubes en PE après vérification et ajustement du pH à 2 à l'aide d'une solution d'HNO₃ (67-70%, trace métal grade Fischer Scientific). La digestion des échantillons dans le four micro-onde est réalisée selon les paramètres de température, de pression et de temps d'exposition suivants : (i) une ascension en puissance de 15mn pour atteindre 120°C et une puissance de 900W (ii) un palier de 25mn à 900 W (iii) une phase de refroidissement de 25 mn . La figure 28d, montre le suivi de l'ensemble des échantillons introduit dans le micro-onde.

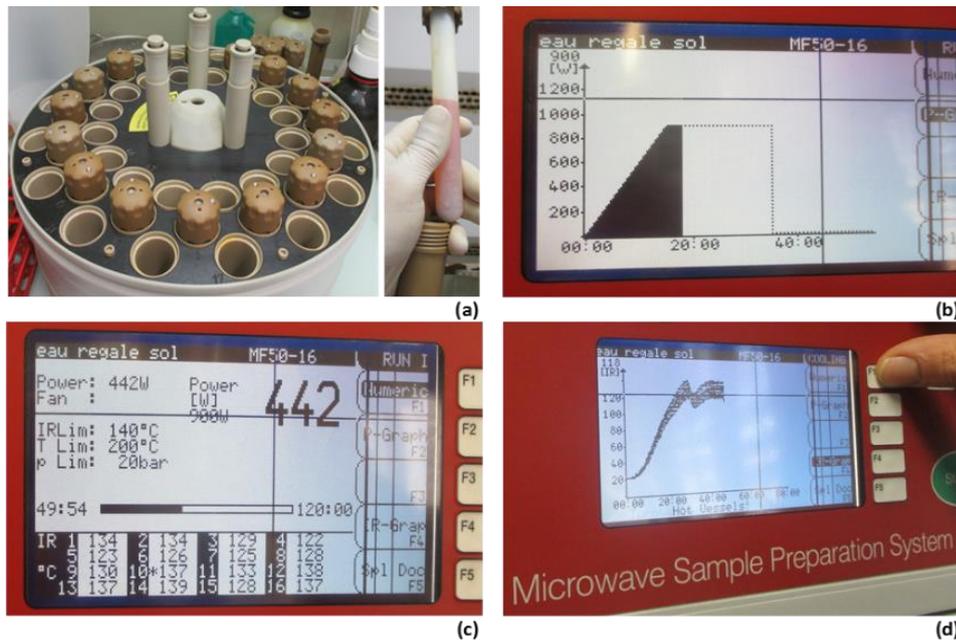


Figure 28. Digestion des échantillons de sols et de la boue, (a) Echantillon + eau régale dans les tubes réacteur en Téflon (b) Cycle de digestion des échantillons (c) Affichage des paramètres de digestion (d) Graphe des conditions (T°et P) par échantillon.

Le déroulement de l'extraction aboutit à la séparation de 5 fractions suivantes :

- F-wat : fraction hydrosoluble (fraction extraite à l'eau Milli-Q)
- F-ac : fraction échangeable et acido-soluble (fraction extraite à pH5 légèrement acide)
- F-red : fraction réductible (fraction extraite dans un contexte réducteur)
- F-oxi : fraction oxydable (fraction extraite dans un contexte oxydant)
- F-res : fraction résiduelle (fraction extraite dans un contexte extrêmement acide)

Ainsi, le PES, détermine dans un premier temps, la concentration des métaux dans la F-wat susceptibles d'être lixiviés par la seule action de solubilisation de l'eau pure (en absence de tous réactifs chimiques). Les métaux dissous dans l'eau interstitielle peuvent être dosés après centrifugation et filtration sur membrane de 0,45 µm de porosité (Meguellat et al., 1982). Par la suite les sels de nitrates de potassium et d'acétates de sodium dans une solution aqueuse à

pH5 et température ambiante permettent de solubiliser les métaux portés par les phases échangeables et acido soluble (F-ac). Le niveau de pH 5, est essentiellement fréquent dans la zone racinaire appelée aussi rhizosphère. Le pH de la rhizosphère peut varier de 1 à 2 unités par rapport au sol non rhizosphérique (Gelin et Stengel, 1998). Ces variations sont essentiellement dues à la libération des ions HCO_3^- et H^+ résultant de l'alimentation azoté sous forme de nitrates ou d'ammoniac. Dans les étapes suivantes le PES permet de déterminer les concentrations portées par les autres fractions (F-red, F-oxi et F-res) en faisant varier le contexte d'extraction, le pH et la température. Dans le cas où le métal est porté en majorité dans la phase échangeable et acido-soluble cela signifie que les possibilités de relargage dans la solution du sol sont importantes comparativement à un métal qui se trouverait plus lié à la fraction résiduelle où sa mise en solution préconise des conditions de milieux extrêmement acides. La distinction entre les différentes phases porteuses d'un métal caractérise le danger potentiel qu'il puisse avoir dans l'environnement à court, à moyen ou à long termes.

Dans notre étude, nous avons adopté la technique analytique ICP-AES pour la détermination des concentrations de 9 métaux dans les solutions d'extractions de sols agricoles du site d'étude de Boumerdes et de l'échantillon de de la boue résiduaire et d'Eaux Usées Epurées de la Step de de la ville de Boumerdes. Les espèces métalliques étudiées sont : l'Argent (Ag), le Cobalt (Co), le Chrome (Cr), le Cuivre (Cu), cadmium (Cd), le Nickel (Ni), le Plomb (Pb), le Titane (Ti), et le Zinc (Zn).

III.2.8.5. Dosage de la Concentration des ETM

Le dosage des métaux a été fait par ICP-AES (Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy) au niveau du laboratoire du Centre Européen de Recherche et d'Enseignement de Géosciences et de l'Environnement (**CEREGE**) à Aix en Provence. Cette technique présente l'avantage d'être une technique rapide, qui couvre plusieurs éléments et correspond aux concentrations soupçonnées dans nos échantillons. ICP-AES est basée sur le couplage d'une torche à plasma génératrice d'ions et d'un module de détection mesurant les photons émis par les atomes. L'échantillon est ionisé par injection dans un plasma d'Argon dans un champ magnétique alternatif haute fréquence. L'argon est un gaz rare monoatomique : son spectre est simple, ne se recombine pas avec les espèces chimiques d'une façon stable. L'analyse se déroule en plusieurs phases, elle commence par introduire l'échantillon par une pompe dans un nébuliseur, les fines gouttelettes (aérosols) formées sont entraînées par un flux d'argon jusqu'au centre de la torche à plasma : (1) Génération de l'aérosol = Nébulisation (2) Introduction de l'aérosol dans le plasma impliquant une sélection des aérosols (3) Conversion de l'aérosol en

atomes et ions (figure 29). Le plasma permet de casser les liaisons moléculaires et de produire des atomes et des ions libres.

En ICP-AES, au moment où les atomes retournent à leur niveau fondamental, la radiation émise passe par un monochromateur qui isole la longueur d'onde particulière propre à l'élément souhaité. Une cellule photo-déetectrice mesure ensuite le flux énergétique de la radiation sélectionnée. Pour déterminer la concentration en métaux des échantillons, les spectres d'émission atomique générés sont analysés par un système de détection optique. Une fois la détermination de la concentration effectuée pour chaque raie d'un élément, un outil statistique permet d'éliminer les valeurs aberrantes, dues à des interférences spectrales imprévues et sauvegarder ainsi la concentration fiable pour chaque élément.

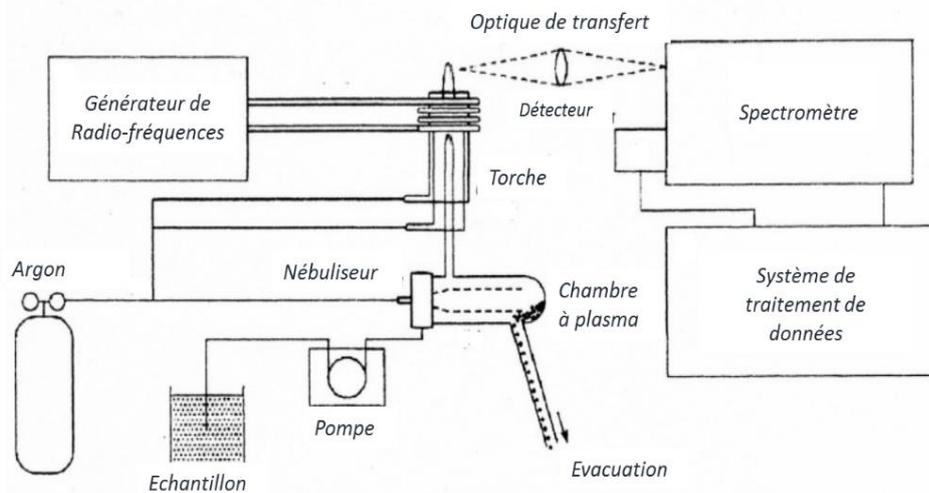


Figure 29. Schéma de la procédure de dosage des ETM par ICP-AES.

III.3. Analyses statistiques des données

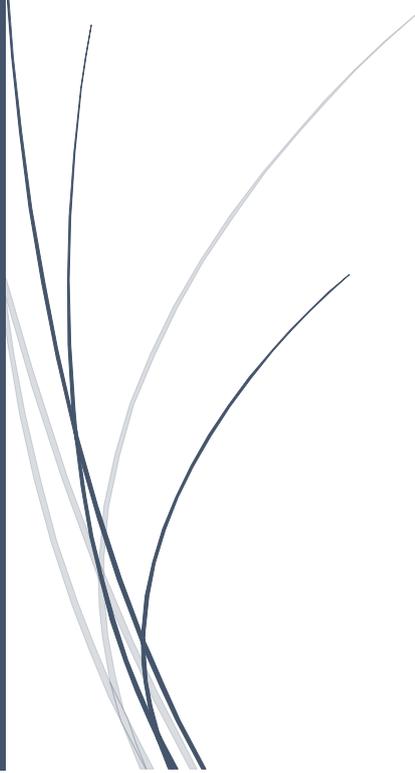
Les données issues des analyses des échantillons de sols agricoles ont été soumises à une analyse descriptive. Nous avons utilisé à cet effet pour les calculs par le logiciel Excel des erreurs standards des moyennes et des proportions des éléments en fonction de la profondeur ou des fractions porteuses dans le cas particulier des ETM.

D'autre part, une analyse explicative a été établie pour une typologie des sols étudiés. Dans un premier temps, une analyse de la variance puis un test de comparaison sur la base des teneurs totales des ETM cumulées des sols. Dans un deuxième temps, une Analyse en Composante Principale a été appliquée pour les données analytiques obtenues pour les paramètres agronomiques et les ETM des sols étudiés. Nous avons utilisé à cet effet, le logiciel de programmation R, accessible librement sur le net et largement utilisé dans le domaine académique pour ses performances et ses fonctionnalités.



CHAPITRE IV.

***Résultats et
Discussion***



IV.1 Evaluation des propriétés agronomiques

IV.1.1. Propriétés agronomiques de la boue et des EUE

L'épandage des boues urbaines et des eaux usées sur les sols agricoles est une modalité de recyclage assez récente en Algérie, c'est une alternative attrayante pour leur disponibilité en nutriments et l'humidité nécessaire qu'elles procurent aux cultures. A Corso, depuis une dizaine d'années des agriculteurs réutilisent de la boue résiduaire et des Eaux Usées Epurées (EUE) produites par la Step urbaine de la ville de Boumerdes. Des paramètres agronomiques pertinents ont été mesurés et les résultats obtenus sont présentés la publication scientifique Cherfouh et *al.*, (2018) affichée au chapitre IV.6.

Les tableaux 25 et 26 donnent les principales caractéristiques agronomiques des sols, de la boue et des EUE de la Step BMD de Boumerdes. Les espèces chimiques dissoutes ont été quantifiées sur une suspension aqueuse de ratio 1:10 (solide/liquide) ou directement sur l'échantillon liquide dans le cas des EUE. Les valeurs des paramètres analytiques correspondent pour les sols aux caractéristiques de la couche de 0 à 40cm. Les valeurs sont issues de la moyenne des résultats obtenus dans les trois profondeurs échantillonnées : P1 (0-10cm), P2 (10-25cm) et P3 (25-40cm), en tenant compte de la profondeur et de la Da des différentes couches.

Tableau 25. Composition de la Boue et des Eaux Usées Epurées de la Step de Boumerdes.

Paramètres	Unités	Boue	EUE
CEC	me/100g	38,2	#
COT	%	22,48	#
N total	%	3,51	#
CE	$\mu\text{s.cm}^{-1}$	677	296
pH-eau	-	8,08	7,84
Ca ⁺⁺	mg.kg ⁻¹	1128,6	465,2
Mg ⁺⁺	mg.kg ⁻¹	513,8	130,8
K ⁺	mg.kg ⁻¹	1593,1	385,2
Na ⁺	mg.kg ⁻¹	733,7	1439,9
Cl ⁻	mg.kg ⁻¹	967,5	2061,7
F ⁻	mg.kg ⁻¹	8,3	2,0
NO ₃ ⁻	mg.kg ⁻¹	14,6	1,9
NO ₂ ⁻	mg.kg ⁻¹	25,4	0,0
PO ₄ ⁻⁻⁻	mg.kg ⁻¹	181,8	130,1
SO ₄ ⁻⁻	mg.kg ⁻¹	3075,9	126,6

La boue urbaine issue de la Step de Boumerdes (SS) contient une forte concentration en matières organique MO et un ratio C/N faible d'une valeur de 6,4. La teneur en matières organiques dissoutes dans l'eau (WEOM) est élevée (3826 mg.kg⁻¹), ainsi que pour l'azote, le calcium, le magnésium, le potassium et le phosphore. La concentration enregistrée des sulfates

(SO₄²⁻) est de 3076mg.kg⁻¹, c'est une valeur importante et qui peut provenir d'une présence de composés sulfatés dans les rejets ou dans le processus de traitement des eaux usées.

Les EUE présentent une composition particulièrement différente de la boue, surtout pour le chlore et le sodium, où les concentrations enregistrées sont respectivement de 1440 et 2062 mg.kg⁻¹. Cette forte quantité de sels de sodium, de chlore et de sulfates pourrait constituer une source de salinisation secondaire des sols dans le cas d'un faible lessivage ou des conditions climatiques arides.

Les paramètres agronomiques mesurés constituent des atouts pour la valorisation en agriculture et une propriété primordiale dans le choix des boues et des EUE comme amendements organiques des sols agricoles et l'irrigation des cultures. Cependant, le maintien d'une production optimale des cultures nécessite des valeurs optimales d'un certain nombre de paramètres agronomiques. En outre, pour s'assurer des impacts bénéfiques de la boue et EUE, leurs application sur les sols doivent être évalués avec une prise en compte aussi bien pour les conséquences sur la qualité des sols. L'analyse d'échantillons de sols provenant des parcelles étudiées a pour objectif de répondre à cette préoccupation et de comparer aussi les résultats obtenus avec un témoin (S-NA) et une parcelle irriguée avec les eaux de rivière (S-WR).

IV.1.2. Propriétés agronomiques des sols étudiés

IV.1.2.1. Composition Granulométrique

L'analyse granulométrique a été effectuée selon le protocole standardisé des fractionnements granulométriques en utilisant, la technique de la pipette de Robinson pour récolter les différentes fractions à des temps précis selon la loi de Stokes (Mathieu et Pieltain, 2003).

La répartition des pourcentages de sables, limons et argiles dans le triangle de texture proposé par le Département de l'agriculture des Etats-Unis (USDA) (Bonneau et Souchier, 1979), indique que la texture dominante sur les parcelles étudiées est limoneuse à limono-argileuse (tableau 26). Cette ressemblance dans la composition granulométrique est principalement liée à la proximité des parcelles, donc expliquée par un matériau parental identique et aux techniques culturales semblables. L'analyse comparative des effets des apports sur les caractéristiques des sols est confortée par cet aspect analogue de la texture, étant donné que ces fractions interviennent majoritairement lors des phénomènes de sorption et de désorption des éléments minéraux du complexe adsorbant.

Tableau 26. Composition granulométrique et texture des sols.

	Profondeur (cm)	Argiles (%)	Limons (%)	Sables (%)	Type de texture
S-SS: <i>Sol+Boue</i>	P1 0-10	15,6	52,6	31,9	Limoneux fins
	P2 10-25	13,5	48,6	37,7	Limoneux
	P3 25-40	22,5	36,0	41,5	Limoneux
S-TW: <i>Sol+EUE</i>	P1 0-10	18,6	52,8	28,5	Limoneux fins
	P2 10-25	19,3	53,3	26,9	Limoneux fins
	P3 25-40	25,6	47,8	26,4	Limoneux
S-STW: <i>Sol+(Boue-EUE)</i>	P1 0-10	40,0	25,7	34,3	Limono-argileux
	P2 10-25	36,7	28,3	35,1	Limono-argileux
	P3 25-40	34,7	35,0	30,3	Limono-argileux
S-WR: <i>Sol+Eau Rivière</i>	P1 0-10	31,0	46,0	23,0	Limono-argileux
	P2 10-25	30,0	36,0	34,0	Limono-argileux
	P3 25-40	31,0	46,0	20,0	Limono-argileux
S-NA: <i>Sans Apports</i>	P1 0-10	7,3	55,5	37,2	Limoneux fins
	P2 10-25	7,7	60,7	34,4	Limoneux fins
	P3 25-40	21,6	52,8	25,6	Limoneux fins

IV.1.2.2. Densité Apparente

La densité apparente (D_a) exprime le rapport entre la quantité de sol (phase solide) par rapport au volume total occupé, c'est aussi le caractère poreux du sol : une propriété importante pour la circulation des eaux et des nutriments, l'intensité de l'activité biologique et la décomposition des matières organiques. Les vides entre des constituants et leur assemblage correspondent aux voies de circulations et de stockage des fluides et des gaz.

Les moyennes de D_a enregistrées sont respectivement de $1,25 \text{ g.cm}^{-3}$ pour le sol amendé, $1,39 \text{ g.cm}^{-3}$ pour le sol irrigué (S-TW) et $1,56 \text{ g.cm}^{-3}$ pour le sol S-STW (amendé et irrigué) et $1,41 \text{ g.cm}^{-3}$ pour le témoin (tableau 27). L'application de la boue, apporte au sol une amélioration des conditions de porosité comparativement au sol témoin et aux autres traitements. En fonction de la profondeur, la D_a augmente nettement dans la couche p3 (25 à 40cm), de façon équivalente dans tous les sols, ceci est l'expression d'un fort tassement du sol éventuellement résultant des passages machines agricoles et de la profondeur de travail du sol (Annexe 7).

Tableau 27- Densité apparente moyenne (D_a) des sols sur la profondeur de 0 à 40cm.

	S-SS	S-TW	S-STW	S-WR	S-NA
$D_a \text{ (g.cm}^{-3}\text{)}$	1,25	1,39	1,56	1,35	1,41

IV.1.2.3. pH et Conductivité Electrique

Les données de pH enregistrées au tableau 32, montrent que la réaction du sol, des parcelles amendées avec la boue ou irriguées avec les EUE ou les eaux de l’Oued Tatareg, est neutre à faiblement alcaline. Le pH, dans les quatre sols, S-SS, S-TW, S-STW et S-WR, est respectivement de 7.55 ; 7.18 ; 7.56 et 7.67. Comparativement au sol témoin S-NA, les apports appliqués ont induit une légère élévation de pH, globalement comprise entre 0,5 et 1 unité de pH. Cette élévation du pH peut s’expliquer par l’effet de la composition de la boue et des EUE particulièrement riches en cations échangeables et dont le pH est respectivement de 8.08 et 7.84. Une élévation similaire de pH était observée par Tarchouna et *al.*, (2010) dans le sol suite aux irrigations avec les EUE. En fonction de la profondeur du sol, le pH du sol présente une diminution faible qui pourrait être une conséquence de celle d’autres paramètres physiques et chimiques du sol.

La CE de la solution du sol mesurée sur un rapport solide/liquide de 1/10, montre que les sols des parcelles étudiées ne souffrent pas de la contrainte de salinité. Malgré une conductivité de $677\mu\text{S.cm}^{-1}$, les apports de la boue induisent une CE supérieure à celles des sols irrigués S-TW S-STW et S-WR. Il est observé dans la littérature scientifique que l’application de la boue induit une augmenattion de la CE du sol (Clapp et *al.*, 1986).

Les irrigations pratiquées sur les sols engendrent sur la couche de 0 à 40cm une distribution équivalente des sels solubles. En revanche, sur le sol S-SS, la boue épandue a induit une plus forte accumulation en surface. Sur les sols S-SS, S-STW, S-TW et S-WR, la CE dimunue en fonction de la profondeur du sol probablement liée au processus d’évaporation et de desséchement, plus important, des parties superficielles du sol (Tableau 28).

Tableau 28. Valeurs de pH-eau et de la CE de la boue, des EUE et des sols.

	p1 (0-10cm)		p2 (10-25cm)		p3 (25-40cm)	
	CE ($\mu\text{S.cm}^{-1}$)	pH	CE ($\mu\text{S.cm}^{-1}$)	pH	CE ($\mu\text{S.cm}^{-1}$)	pH
S-SS	72,0	7,70	71,8	7,46	58,8	7,50
S-TW	38,7	7,27	25,6	7,32	21,0	6,96
S-STW	38,9	7,56	26,4	7,51	25,8	7,60
S-RW	34,4	7,76	32,0	7,75	31,8	7,51
S-NA	78,2	7,05	65,6	7,02	54,8	6,93
Boue	677	8,1				
EUE	296	7,8				

L’application de la boue et des EUE ne semble pas constituer une menace de salinisation secondaire des sols agricoles étudiées. Ceci, témoigne d’une lixiviation suffisante des sels solubles, particulièrement ceux du sodium, de chlorure, de magnésium et de soufre. Cette

absence de salinisation peut constituer une opportunité d'accumulation pour les éléments apportés par la boue et les EUE tels que les métaux par manque de concurrence des bases échangeables sur le complexe adsorbant du sol.

IV.1.2.4. Capacité d'Echange Cationique

Les valeurs de CEC enregistrées sur les sols sont des valeurs habituellement observées sur les sols agricoles. Les apports de la boue et des EUE ont amélioré la CEC, comparativement au témoin (S-NA) (figure 33). Globalement les valeurs de CEC sont comprises entre 10 et 17 me/100g pour les sols S-SS et S-STW, et atteignent 20 me/100g dans le cas des sols irrigués avec les EUE (S-TW) et aux eaux de rivière (S-WR). Au plan agronomique, nous considérons que cette CEC est faible à moyenne (Annexe 8). Les différences dans les CEC des sols sont autant liées aux apports qu'à la composition granulométrique des sols notamment la proportion d'argiles. Les sols S-STW et S-WR disposent d'une proportion d'argiles assez importante par rapport aux autres sols (Tableau 26). Par ailleurs, les CEC faibles limitent les capacités de stockage du sol sur le complexe adsorbant, que ce soit pour les nutriments ou les métaux, ainsi que le pouvoir tampon dans le cas d'une arrivée excessive et subite de sels solubles ou d'ETM. Tous ces résultats suggèrent un suivi régulier des éléments ou composés potentiellement problématiques. Dans notre cas une évaluation de la concentration des ETM a été effectuée sur les trois profondeurs, afin d'identifier l'éventuelle accumulation et le risque de biodisponibilité.

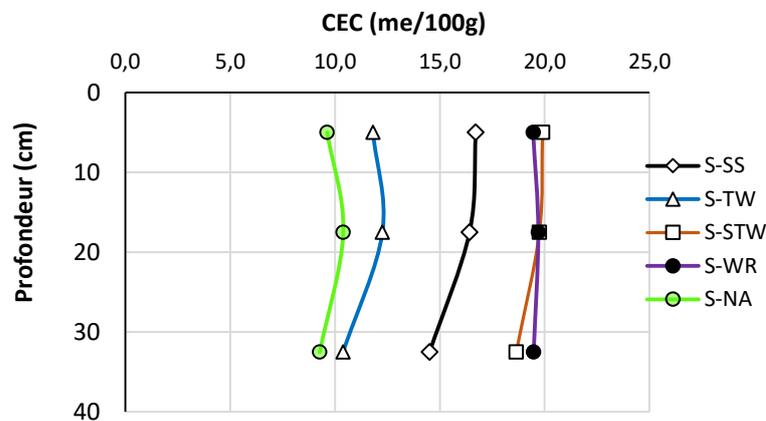


Figure 30. Valeurs de la CEC des sols en fonction de la profondeur.

IV.1.2.5. Matières Organiques

L'étude des matières organiques du sol (MOS) a été réalisée par la détermination du carbone organique total (COT) noté aussi POC (particulaire organique carbon), les matières organiques extraites à l'eau (WEOM) et aussi les caractéristiques optiques des MOD (par spectrophotométrie : paragraphe IV.2). Les concentrations en MOS enregistrées sont importantes dans le sol S-SS amendé avec la boue. Par sa nature organique la boue

(POC=22,48%) apporte fréquemment une amélioration du stock de carbone dans le sol, comme il a été suggéré dans plusieurs études (Haynes et Naidu, 1998; Gerzabek et al., 2001; Fernandez et al., 2006; Triberti et al., 2016). Les valeurs données pour les sols se rapportant à la couche de sol de 0 à 40cm, ont été calculées comme la moyenne des valeurs obtenues sur les trois profondeurs échantillonnées pondérées par l'épaisseur des couches et la densité apparente.

IV.1.2.6. Teneur en Carbone Organique Total (COT)

L'analyse de la boue montre que le TOC représente 22,5%. Les apports de la boue et des EUE ont engendré des teneurs moyennes en TOC variant entre 1,94 et 1,22% (Tableau 33) sur les sols (S-SS, S-TW, et S-STW). L'apport de la boue seule donne sur le sol S-SS, une teneur en TOC équivalente à 2 fois celle du sol témoin S-NA. Les irrigations avec les EUE, engendrent sur les sols S-STW et S-TW une teneur en COT semblable (1,22 et 1,26%), supérieure au sol témoin mais inférieure à celle du sol S-SS. (Figure 31). La tendance à l'appauvrissement en carbone du sol suite à réutilisation des EUE de Boumerdes pour l'irrigation de la vigne, confirme les observations faites par Tarchouna et al., (2010) ; Solis et al., (2005) et Friedel et al., (2000).

Tableau 29. Teneur (%) en Carbone Organique Total (COT) de la boue et des sols.

	COT (%)
S-SS	1,94 ± 0,06
S-TW	1,26 ± 0,047
S-STW	1,22 ± 0,047
S-WR	4,43 ± 0,207
S-NA	0,82 ± 0,007
Boue	22,48 ± 0,58



Figure 31. Teneur moy (%) en COT des sols sur la profondeur de 0 à 40cm.

Le sol S-WR irrigué à l'eau de rivière montre une teneur en COT de près de 4,5%, largement supérieure à celle des autres sols. Les fortes concentrations en matières organiques peuvent être liées à la composition des eaux de rivières particulièrement chargées durant la période estivale et la nature riche en paille des fumiers épandus. En fonction de la profondeur du sol, la teneur en COT diminue, ce qui constitue une cohérence pédologique observée sur l'ensemble des parcelles étudiées (tableau 30).

Tableau 30. Teneur en carbone organique total (COT) des sols en fonction de la profondeur.

	P1 (0-10cm)	P2 (10-25cm)	P3 (25-40cm)
S-SS	2,32 ±0,05	2,2 ±0,07	1,49 ±0,06
S-TW	1,29 ±0,05	1,29 ±0,06	0,9 ±0,03
S-STW	1,63 ±0,05	1,31 ±0,06	0,83 ±0,03
S-RW	4,64 ±0,2	4,46 ±0,27	4,27 ±0,15
S-NA	0,94 ±0,001	0,99 ±0,01	0,58 ±0,01
Boue	22,48 ±0,58		

IV.1.2.7. Matières Organiques Extraites à l'Eau (WEOM)

Les données du tableau 31, montrent que les concentrations en matières organiques des extraites à l'eau (WEOC) sont plus importantes dans le cas des sols S-SS et S-STW amendés avec de la boue. Les concentrations enregistrées sont respectivement de 181 et 110 mg.kg⁻¹. Les WEOM de la boue ont une teneur en carbone total de 5,5g.kg⁻¹ correspondant à 3,8g.kg⁻¹ de MS. L'épandage de cette boue constitue donc, une source de matières organiques solubles et qui sont considérées comme une fraction très réactive dans le sol (Kalbitz et al., 2003). Cette disponibilité facile de carbone dissout accompagnée de nutriments tel que l'azote, contribue à un développement meilleur des cultures comparativement à un apport de compost d'ordures ménagères (Ambus al., 2002).

Tableau 31. Teneur en carbone des extraits à l'eau des sols, de la boue et des EUE.

	S-SS	S-TW	S-STW	S-WR	S-NA	Boue	EUE
	mg.kg ⁻¹						mg.l ⁻¹
C Inorg.	87,6 ±0,5	39,7 ±0,5	79,5 ±0,5	98,8 ±0,6	29,4 ±2,8	1705 ±22,5	25,1 ±0,4
C Org.	181,8 ±2,6	104,8 ±1,3	110,5 ±1,8	52 ±0,8	179,4 ±2,8	3826 ±36,7	3,8 ±0,0
C total	269,4 ±3	144,5 ±1,8	190 ±2,2	150,8 ±1,3	208,8 ±2,8	5531 ±59,3	28,9 ±0,4

L'EUE dispose d'une faible quantité de matières organiques dissoutes (29 mg.l⁻¹), équivalente à près de 200 fois moins que la boue. Les irrigations faites sur le sol S-TW ont induit une teneur en carbone total (CT) inférieure à celle du sol amendé à la boue et au sol témoin (S-NA). Le tableau 31, montre également que les EUE participent à la diminution des WEOM dans le sol S-STW où les EUE sont associées à la boue.

De même que l'application de l'eau de rivière sur le sol S-WR, engendre des WEOM avec des teneurs en CT semblables à celles de S-TW (Figure 32). Cela montre que l'irrigation des sols agricoles constitue un facteur d'appauvrissement en matières organiques solubles, donc une perte en termes de disponibilité en nutriments pour les cultures.

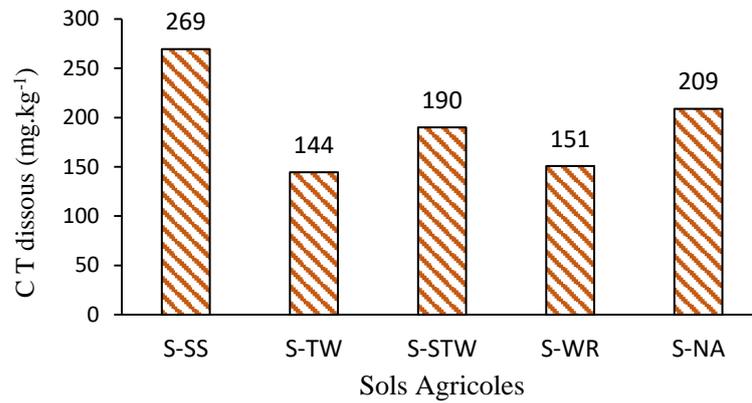


Figure 32. Teneurs (mg.kg⁻¹) en carbone total dissout (TC) des extraits à l'eau.

L'application de la boue et des EUE, induit aux sols des MO solubles constituées respectivement de 69 et 13% de carbone organique (CO). En revanche, le sol S-TW irrigué avec les EUE, dispose d'une proportion de CO supérieure aux sols S-SS et S-STW amendés avec la boue. Comparativement au sol témoin S-NA, l'application de la boue et de EUE sur les sols agricoles (S-SS, S-TW et S-STW) réduit la proportion en CO de la fraction des WEOM (Figure 34). Les résultats montrent que cette réduction peut aller de 13 % dans le cas d'une irrigation avec les EUE et atteindre 19 % dans le cas d'un épandage de boues résiduaires. La régression (figure 33) utilisant les données des sols S-SS, S-TW et S-STW montre que la teneur en carbone organique dissout (COD) est en corrélation négative à la Da, donc influerait positivement les conditions de porosité du sol.

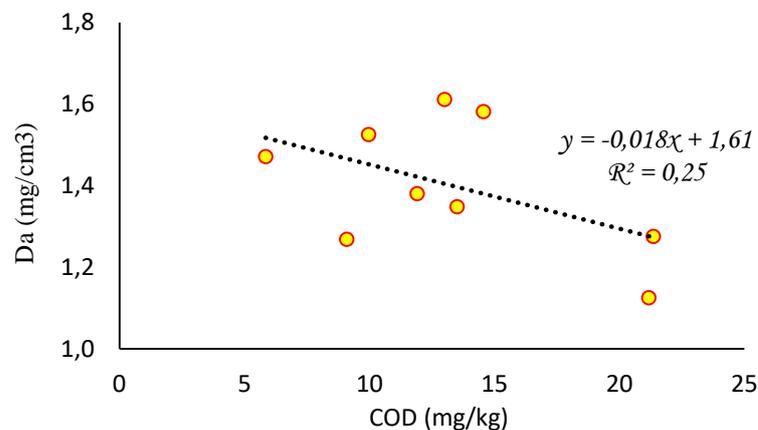


Figure 33. Relation Da et COD dans les sols S-SS, S-TW et S-STW.

En revanche, le sol S-WR présente une distribution de carbone nettement différente (figure 34), l'eau de rivière diffuse dans le sol des MO solubles avec une forte proportion de carbone inorganique (CI) au détriment du COD qui ne représente que 35% du carbone total dissout (CTD).

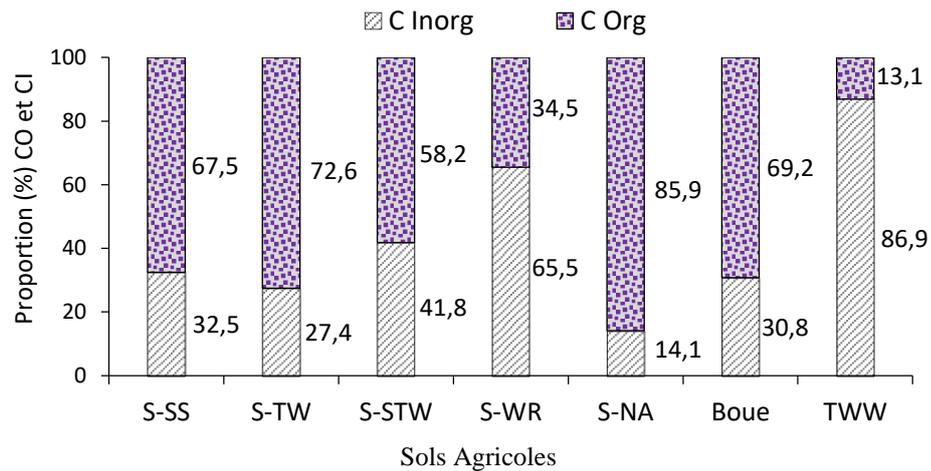


Figure 34. Carbone organique et inorganique (%) dans la boue, les EUE et les sols.

Les teneurs en CT des sols présentent une faible variabilité en fonction de la profondeur (*Annexe 9*). Les valeurs supérieures de CT sur le profil sont enregistrées dans les couches p1 et p2. S’agissant du CO, les teneurs sont supérieures dans les couches p1 et p2 par rapport à p3. Cependant le maximum de la valeur le long du profil est observé sur la couche intermédiaire. Le CI présente des teneurs plus importantes à la surface dans le cas des sols S-TW, S-STW, S-WR et S-NA. Par contre l’application de la boue induit une faible variation de la teneur en CI en fonction de profondeur de sol. Globalement, les teneurs en MO de nature solubles (dans l’eau) diminuent en fonction de la profondeur du sol.

IV.1.2.8. Azote Total

Le dosage de l’azote total dans les sols, montre que le sol S-SS amendé dispose de 2 fois plus d’azote total que les autres sols (figure 34). Ceci implique que la boue constitue une source importante d’azote pour les sols agricoles. Les autres sols (S-STW, S-TW, S-NA, S-WR) présentent des teneurs en azote semblables et varient entre 0,09 et 0,11% (Tableau 32). En fonction de la profondeur du sol, la teneur en azote total des sols diminue avec la profondeur. Cependant les couches superficielles p1 et p2 présentent des teneurs semblables, alors que la p3 a la teneur la plus faible. Cette diminution de la concentration d’azote le long du profil concorde avec celle des fractions de matières organiques soulignées déjà dans le paragraphe précédent (*Annexe 10*).

Tableau 32. Teneur (%) en azote de la boue et des sols.

	N total (%)	
S-SS	0,201	±0,006
S-TW	0,065	±0,002
S-STW	0,110	±0,004
S-WR	0,114	±0,003
S-NA	0,088	±0,003
Boue	3,51	±0,045

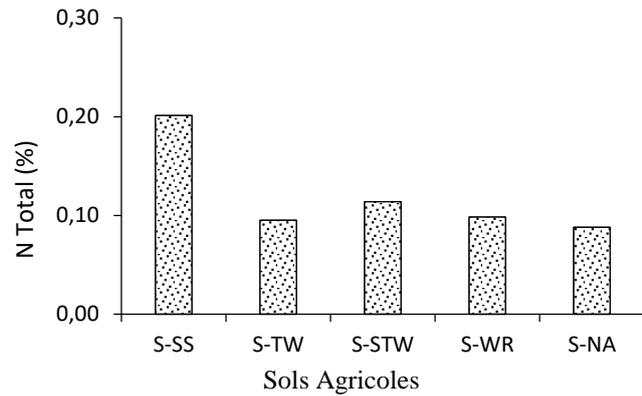


Figure 35. Teneur (%) en Azote total des sols sur la profondeur de 0 à 40cm

IV.1.2.9. Rapport C/N de la boue et des sols

Les valeurs du rapport C/N calculées pour les sols ayant reçu la boue et les EUE sont comprises entre 10 et 13 (Tableau 33). Ces valeurs sont semblables à celles du sol témoin sans apports et témoignent de bonnes conditions d'activité biologiques. En revanche, le rapport C/N du sol S-WR est très important (C/N=45, identique à celui de la paille), ceci est synonyme de conditions d'activité biologiques peu favorables dans le sol S-WR et à la nature des fumiers épandus (riche en pailles) ainsi que la charge en matières organiques des eaux des rivières en été. Cette observation concorde avec les faibles teneurs en COD et les faibles teneurs en azote.

Tableau 33- valeurs de C/N au niveau de la boue et des sols étudiés.

	S-SS	S-TW	S-STW	S-WR	S-NA	Boue
C/N	10	13	11	45	9	6

IV.1.2.10. Nutriments extraits à l'eau

Les concentrations des éléments nutritifs dans les EUE et les extraits à l'eau de la boue et des sols sont présentées dans le tableau 34 et l'Annexe 13. La composition en nutriments de la boue de la Step de Boumerdes, renferme une teneur importante en éléments chimiques échangeables tels que Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ et SO_4^{2-} , dont les valeurs enregistrées sont respectivement de 1128 ; 513,8 ; 1593,1 ; et 3075,9 $mg.kg^{-1}$. Cependant, les disponibilités en azote (NO_3^- , NH_4^+ et NO_2^-) et en phosphore (PO_4^{3-}) ne sont pas négligeables, elles atteignent respectivement 49,2 et 181,89 $mg.kg^{-1}$. D'autres parts, les EUE présentent des concentrations importantes en Ca^{2+} , Mg^{2+} et K^+ , mais avec des valeurs nettement inférieures à celles de la boue.

Les caractéristiques chimiques des sols traités, reflètent bien l'impact positifs sur les disponibilités en nutriments de la boue et les EUE comparativement aux sols S-WR et S-NA. L'apport de boue sur le sol S-SS a induit une plus forte concentration en Azote, en Calcium,

Magnésium, Potassium et Phosphore. Les faibles concentrations obtenues sur le sol S-TW irrigué avec les EUE, particulièrement de l'Azote, sont probablement la conséquence d'une forte lixiviation. La concentration moyenne en Ca^{++} du sol S-SS de la couche de 0 à 40cm est de 274,1 mg.kg^{-1} . Au niveau du sol S-TW, cette concentration est réduite à 39,4 mg.kg^{-1} . Ceci nous montre que le Ca^{++} est facilement lessivé en présence des eaux d'irrigation, ayant pour première conséquence un pH inférieur dans le cas du S-TW. Les réductions pour les autres éléments sont aussi vérifiées mais dont des proportions variant en fonction de la nature de l'élément et des trois profondeurs prospectées.

En fonction de la profondeur du sol S-SS, les résultats (tableau 34) indiquent que la partie intermédiaire p2 (10 à 25cm) enregistre des teneurs importantes en N, Ca^{++} , Mg^{++} , SO_4^{-} . Le K^+ et le PO_4^{3-} ont un gradient de distribution en faveur de la couche superficielle p1, vérifié au niveau de tous les sols, cet enrichissement est d'autant plus important que le sol reçoit des EUE.

En effet, dans le sol S-SS les valeurs sont réduites de 402,4 à 297,4 mg.kg^{-1} pour le K^+ et de 86,3 à 20,9 mg.kg^{-1} pour le PO_4^{3-} . De même que dans le sol S-TW les valeurs passent de 446,9 à 115,5 mg.kg^{-1} pour le K^+ et de 85,7 à 4,9 mg.kg^{-1} pour le PO_4^{3-} . En revanche, les sols S-TW, S-STW, S-WR et S-NA, présentent une répartition des concentrations des autres éléments assez semblable avec la profondeur du profil.

Tableau 34. Concentrations des cations de l'extrait aqueux des sols étudiés.

		Profondeur	Ca^{++}	Mg^{++}	K^+	Na^+	NH_4^+	PO_4^{3-}	SO_4^{-}
		(cm)	(mg.kg ⁻¹)						
S-SS	P1	0-10	263,04	39,64	402,37	97,21	3,23	86,29	475,28
	P2	10-25	321,16	40,92	300,35	96,03	1,46	57,22	521,7
	P3	25-40	235,76	25,83	297,37	80,85	<ld	20,91	370,44
S-TW	P1	0-10	62,70	15,09	446,99	20,91	2,51	85,72	187,5
	P2	10-25	42,42	10,28	188,19	32,76	<ld	43,92	80,77
	P3	25-40	23,72	19,78	115,48	43,49	<ld	4,89	86,34
S-STW	P1	0-10	110,77	15,20	150,68	59,35	<ld	37,63	165,26
	P2	10-25	49,25	9,09	133,00	78,74	<ld	28,76	160,42
	P3	25-40	50,59	9,72	113,00	76,38	<ld	20,12	146,34
S-WR	P1	0-10	138,57	15,08	65,25	37,08	<ld	<ld	40,18
	P2	10-25	128,07	9,35	30,17	57,25	<ld	<ld	45,99
	P3	25-40	120,40	10,75	13,66	58,97	<ld	<ld	55,85
S-NA	P1	0-10	15,90	15,70	100,30	144,00	6,20	35,9	37,2
	P2	10-25	28,50	15,70	38,10	133,93	6,99	27,7	25,45
	P3	25-40	106,30	24,00	26,15	120,30	1,69	<ld	16,63
Boue			1128,6	513,8	1593,1	733,7	9,24	181,8	3075,9
EUE			465,2	130,8	385,2	1439,9	<ld	130,1	126,6

IV.1.3. Analyse statistique multivariée

L'analyse statistique de la série de données des paramètres agronomiques enregistrés sur les sols étudiés a été faite avec le logiciel XLSTAT 2017. Le choix de l'analyse en composantes principales (ACP) permet d'atténuer la sensibilité à l'échelle des variables et de faire une projection dans un espace multidimensionnel des données avec une optimisation de la variance résiduelle.

Les résultats de la ACP sont présentés à la figure 5 (page176), où la corrélation positive entre les variables s'exprime par la proximité à la ligne du cercle et le rapprochement entre les variables. La corrélation négative s'exprime par une position proche du centre du cercle. L'absence de corrélation se manifeste sur le cercle par la position orthogonale des variables de parts et d'autre des axes. La variance factorielle totale représentée par l'axe F1 (41,16%) et l'axe F2 (23,44%) totalise 64,6% témoigne d'une discrimination satisfaisante des variables et de l'acceptation de la projection choisie.

Globalement, la position dans le cercle des sols étudiés par rapport à l'axe 2, indique que la présence de l'irrigation constitue un paramètre de discrimination important. Les sols S-TW, S-STW et S-WR sont positionnés de manière orthogonale par rapport aux sols S-SS et S-NA. Le sol de référence S-NA a une position écartée du reste des sols ce qui témoigne d'un fort impact des variables étudiées sur les propriétés des sols agricoles.

La position particulière de l'échantillon S-TW-p1 (0-10cm) est accompagnée dans les données par la forte accumulation des ions Ca^{++} , SO_4^{--} , K^+ , PO_4^{--} et Mg^{++} dans des proportions semblables aux échantillons (p1, p2 et p3) du sol S-SS amendé avec la boue. L'enrichissement en ions de la solution du sol après épandage de la boue est confirmé dans la projection par la forte corrélation des variables N total, Ca^{++} , SO_4^{--} , K^+ , PO_4^{--} et Mg^{++} situées près du cercle et dans le sens des échantillons S-SS 0-10cm, S-SS 10-25cm et S-SS 25-40cm. La tendance de l'accumulation des ions est semblable entre la couche de sol 25-40cm après apport de la boue et la couche superficielle 0-10cm après irrigation avec les EUE.

Cette projection montre que aussi que, les nutriments extraits à l'eau sont corrélés les uns aux autres dans la solution du sol après apports de la boue ou des EUE surtout au niveau des couches superficielles. Cependant, les nutriments ne présentent pas de corrélation avec le SOC (carbone organique du sol) et la CEC (capacité d'échange cationiques) qui plus influencés par les concentrations obtenues sur les sols S-WR (4,3% et 19cmol/kg) et S-NA (0,82% et 10cmol/kg). De même que cette ACP montre qu'il n'existe pas de corrélation entre les principaux nutriments et la concentration de Na et Cl, confirmant ainsi un lessivage efficace des sels introduits dans les sols par la boue et les EUE et du risque faible d'une éventuelle salinisation secondaire des

sols. La corrélation négative de la densité apparente par rapports aux autres variables agronomiques implique l'absence d'un effet significatif des apports étudiés sur la compaction du sol. Enfin l'analyse statistique établie confirme globalement, les conclusions sur les effets positifs des apports de la boue et des EUE sur les propriétés des sols agricoles.

IV.1.4. Conclusion

L'analyse des propriétés des sols agricoles de texture argilo-limoneux soumis pendant une dizaine d'années à un amendement avec la boue et des irrigations avec les eaux usées épurées provenant de la station d'épuration urbaine de Boumerdes, confirme l'intérêt agronomique que nous pouvons tirer de la voie de valorisation agricole. La boue urbaine de Boumerdes, contient des teneurs élevées en matières organiques, l'extrait aqueux présente une concentration élevée de $3,9\text{g.l}^{-1}$, alors que le carbone organique particulaire constitue 23% de MS. L'analyse montre de grandes quantités de Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ et SO_4^{2-} et des teneurs plus faibles en azote et PO_4^{3-} . Les EUE apportent également des concentrations significatives de Ca^{2+} , Mg^{2+} et K^+ . Ces caractères s'expriment après application sur les sols avec des valeurs élevées de K^+ , SO_4^{2-} et PO_4^{3-} , par rapport au sol témoin sans apports S-NA et au sol S-WR irrigué avec les eaux de la rivière.

Les sols étudiés présentent un pH neutre à légèrement alcalin. L'application de la boue et EUE a faiblement élevé le pH moyen du sol mais restent compatible avec une bonne qualité agronomique des sols et ne présentent pas de risques sur la disponibilité de plusieurs nutriments ou micronutriments, notamment P, Fe, Mn, Cu, Zn, Co et Ni.

Les valeurs de CEC se situent généralement dans la plage observée sur les sols agricoles, avec une nette amélioration de celle-ci par rapport au sol de référence S-NA. La teneur des MOS indique un effet positif des apports de boues et d'EUE. La teneur de l'horizon supérieur est faible (1,6 %) dans le sol S-NA, un seuil fréquent dans les sols méditerranéens où le contraste climatique favorise la minéralisation intense des matières organiques. L'application de la boue procure au sol une forte proportion de carbone organique dissout, ce qui constitue un indice favorable à une bonne activité biologique, confirmé par les valeurs de C/N. La boue et les EUE de la Step de Boumerdes ou de nature équivalente peuvent être préconisées dans la gestion des terres avec une conduite des cultures tenant compte des risques du risque de salinisations secondaires, de déséquilibre chimique concernant les nutriments, dd l'appauvrissement du stock organique du sol et de l'altération de la qualité des produits agricoles.

IV.2. Propriétés Spectrophotométriques des MOD

IV.2.1. Absorbance des MOD des Sols, de la Boue et des EUE

L'absorbance représentée sur la figure 36, montre que l'application des EUE, des eaux de rivière et de la boue impactent différemment les MOD. Les sols S-SS et S-STW amendés avec la boue enregistrent des absorbances semblables, dont la valeur maximale à 250nm est respectivement de 0,08 et 0,07. Les sols S-TW et S-WR irrigués présentent un spectre semblable dont la valeur maximale à 250nm est de 0,04. Cependant, l'ensemble des absorbances des sols traités sont inférieures à celles du sol témoin S-NA (*Annexe 14*).

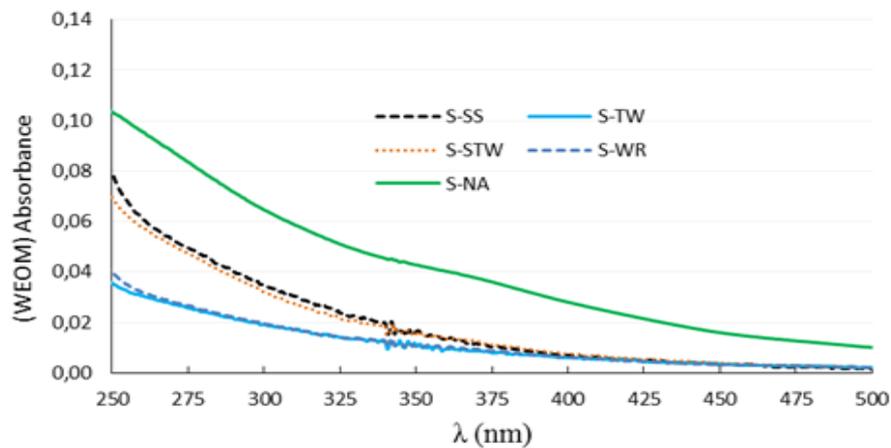


Figure 36. Absorbance des WEOM des sols entre 250 et 500nm.

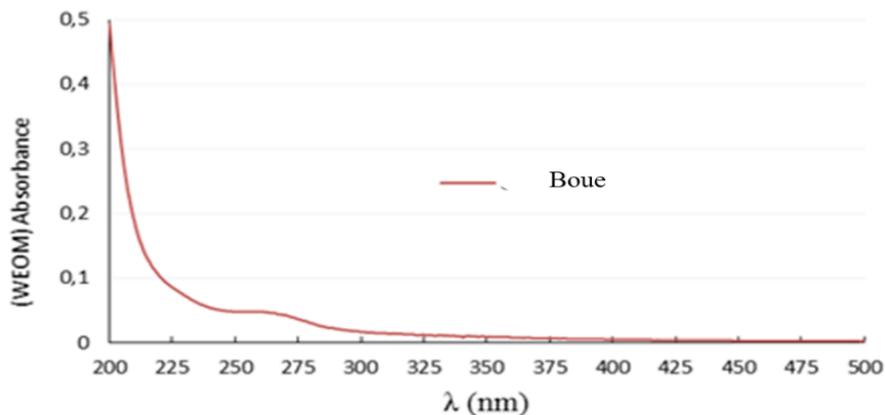


Figure 37. Absorbance des WEOM de la boue.

Le signal particulier constaté sur le spectre dans l'intervalle de longueur d'onde 340 à 350nm enregistrée sur les 4 sols, est absent au sein du sol S-NA. Ceci implique que, le composé organique auquel correspondrait cette absorbance est lié à l'application de la boue, des EUE et des WR (figure 37 et 38). Cependant, il est à noter qu'au sein des sols S-TW et S-STW ce signal particulier est plus marqué sur les couches p1 et p3.

L'absorbance des MOD est croissante dans le cas du sol témoin S-NA en fonction de la profondeur. En revanche chez les sols traités, les MOD présentent une absorbance décroissante avec la profondeur du sol et des valeurs sont inférieures à celles du S-NA. Par ailleurs, une évolution différente du spectre d'absorbance du sol S-TW est constatée dans l'intervalle de 250 à 350nm, où l'absorbance diminue avec la profondeur, contrairement au reste du spectre (figure 39).

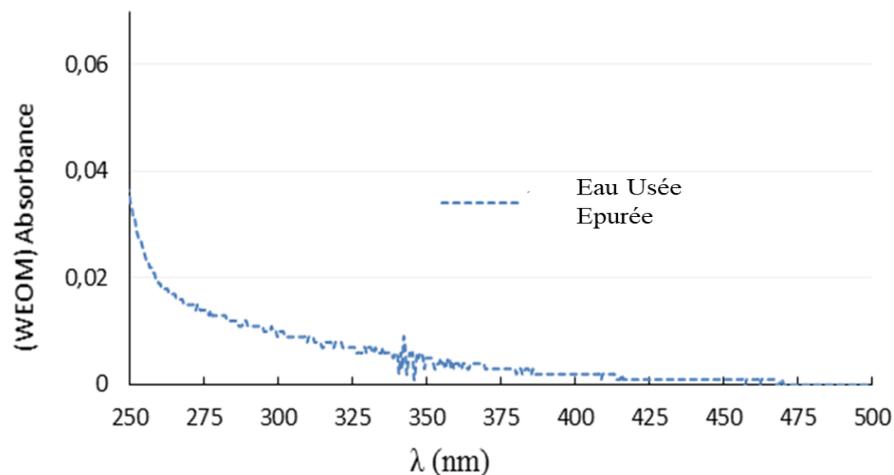


Figure 38. Absorbance des WEOM de EUE.

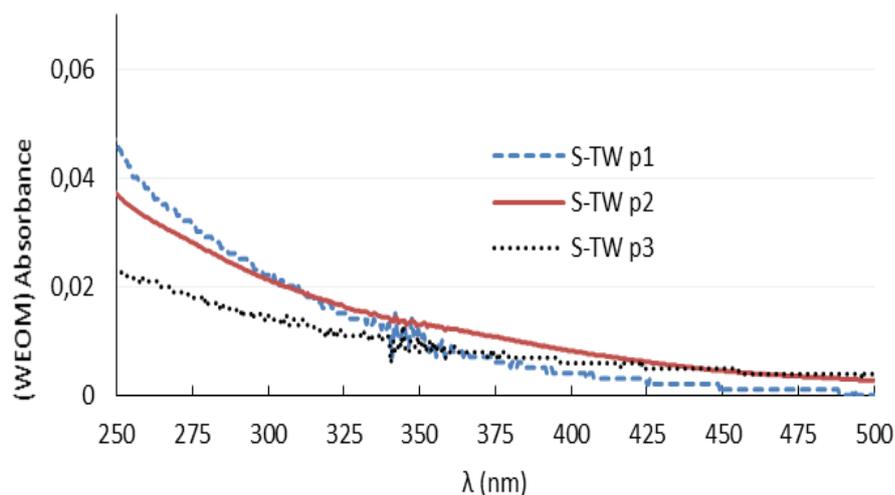


Figure 39. Absorbance des WEOM du sol S-TW irrigué avec les EUE.

IV.2.2. Indices Caractéristiques, SUVA₂₅₄ et E2/E3 des MOD

La boue épandue sur les sols agricoles présente des MOD de faible aromaticité avec un indice SUVA₂₅₄ de 0,8. En revanche les EUE disposent de molécules organiques d'une aromaticité plus forte, le SUVA₂₅₄ est de 6,9. L'indice E2/E3 exprimant le vieillissement des matières organiques (indice d'humification) est de 8,5 chez les EUE et de 6 chez les MOD de la boue. La boue présente des MOD moins humifiées et d'une aromaticité inférieure à celle des EUE.

L'application de la boue sur le sol S-SS, engendre des MOD avec une aromaticité et un indice d'humification peu variable en fonction de la profondeur et dont les valeurs sont respectivement de 3,7 et 6,3. Quant au sol S-TW, l'aromaticité des MOD et le degré d'humification diminuent avec la profondeur du sol, mais les valeurs observées sont inférieures à celles du sol S-SS. La faiblesse de ces indices sur les couches profondes p2 et p3 est le résultat probablement de conditions d'oxydation insuffisantes des matières organiques (tableau 35), qui concordent avec données de Da exprimant une compaction du sol en fonction de la profondeur.

L'application simultanée, de la boue et des EUE, a induit des MOD avec des indices de SUVA₂₅₄ en moyenne de 5,7. En fonction de la profondeur, l'aromaticité diminue mais les valeurs restent supérieures à celles trouvées sur les sols S-SS et S-TW, mais de même de grandeur que les valeurs trouvées par Belaid et al., (2012). Cette diminution et les valeurs de SUVA obtenues confirment aussi, les résultats de Guigue et al (2014) et Hassouna et al., (2010).

En revanche, l'irrigation avec les eaux de rivière induit des SUVA₂₅₄ important, d'une valeur moyenne de 6,9, et croissants avec la profondeur du sol. L'indice d'humification E2/E3 des MOD augmente aussi en fonction de la profondeur et sa valeur évolue de 5,1 à 9.

Le degré d'humification des MOD, est très impacté par la modalité d'application de la boue et des EUE. Dans le cas du sol S-STW, l'indice d'humification est de 4,5 ; il est supérieur au sol irrigué avec les EUE et inférieure au sol S-SS amendé avec la boue. Nous observons dans le tableau 35 que la couche superficielle (p1) présente un indice d'humification semblable (entre 5,1 et 6,8) pour les 4 sols S-SS, S-TW, S-STW et S-WR. Sur cette couche p1 l'évolution des matières organiques du sol est moins affectée par les conditions d'humidité du sol du fait de sa proximité avec l'atmosphère.

Tableau 35. Absorbance et indices SUVA₂₅₄ et E2/E3 des matières organiques dissoutes de la boue, des EUE et des sols pour les profondeurs p1, p2 et p3.

	SUVA ₂₅₄			E2 / E3		
	p1	p2	p3	p1	p2	p3
S-SS	3,9	3,7	3,6	6,1	6,4	6,3
S-TW	4,6	2,9	2,2	5,9	3,1	2,9
S-STW	7,2	4,7	5,1	5,1	4,2	9,0
S-WR	6,6	6,6	7,5	6,8	3,2	3,6
S-NA	3,7	5,1	8,3	2,4	2,3	2,5
Boue		0,8			6,0	
EUE		6,9			8,5	

Les MOD du sol témoin S-NA, ont un SUVA₂₅₄ de 5,7 supérieure à celui des sols S-SS, S-TW et S-STW (tableau 36). En fonction de la profondeur, l'aromaticité augmente et passe de 3,7 à

la surface à 8,3 au niveau de p3. L'indice d'humification présente des valeurs semblables selon la profondeur avec une valeur moyenne de 2,4. Ceci implique que les MOD du sol témoin sont les moins humifiées, l'application de la boue, des EUE et les eaux de rivières ont un effet positif sur le degré d'humification des matières organiques solubles du sol. D'autres parts, seuls les résultats du sol témoin confirment les observations de Peuravuori et Pihlaja, (1997), où E2/E3 est inférieur au SUVA.

Tableau 36. Teneurs en COD (mg.l⁻¹) et valeurs des indices SUVA 254 et E2/E3 des matières organiques dissoutes dans l'eau (WEOM), de la boue, des TWW et des sols.

	COD (mg/l)	SUVA 254	E2/E3
S-SS	18,68	3,72	6,27
S-TW	10,32	3,26	3,96
S-STW	11,14	5,67	6,11
S-WR	5,21	6,91	4,55
S-NA	18,13	5,71	2,42
Boue	6,38	0,75	6,00
EUE	3,78	6,88	8,50

La comparaison des données de Da, de SUVA et de l'indice E2/E3 montre que la relation est différente entre ces paramètres. En effet, les valeurs de l'indice d'humification sont inversement proportionnelles à la Da : une forte compaction du sol induit une faible évolution des matières organiques. En revanche, la relation Da et l'indice d'aromaticité est fonction de la nature du traitement appliqué au sol (figure 40). La boue et les EUE induisent une relation identique entre Da et SUVA (corrélation négative R²=64%), contrairement aux sols S-NA et S-STW (corrélation positive, R²=37%).

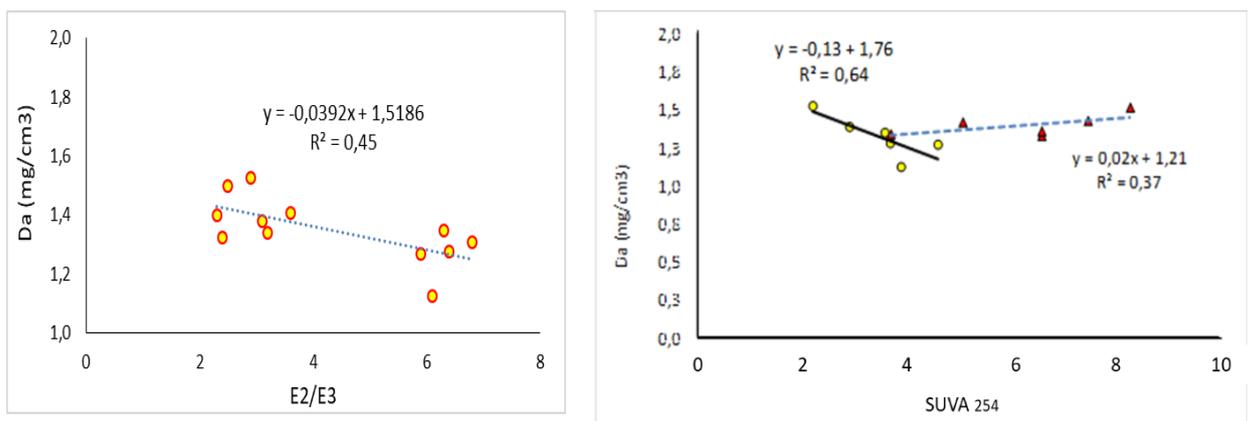


Figure 40. Relation entre la densité apparente, le SUVA et l'indice E2/E3.

IV.2.3. Conclusion

L'analyse de l'absorbance des MOD, montre que l'application des EUE, des eaux de la rivière ou de la boue a un impact différent sur les MOD des sols. L'épandage de la boue sur les sols S-SS et S-STW enregistre des absorbances semblables dont la valeur maximale à 250nm est respectivement de 0,08 et 0,07. Les sols S-TW et S-WR irrigués ont eux aussi un spectre d'absorbance semblable avec une valeur plus faible (0,04). Cependant, dans ces deux cas les absorbances enregistrées sont inférieures à celles du sol témoin S-NA.

L'absorbance des MOD est croissante chez le sol témoin S-NA en fonction de la profondeur. En revanche chez les sols traités, les MOD présentent une absorbance décroissante avec la profondeur et des valeurs inférieures à celles du S-NA.

Les indices SUVA₂₅₄ et E₂/E₃ étaient respectivement de 6,9 et 8,5 pour le EUE et de 0,8 et 6,0 respectivement pour l'extrait aqueux de la boue. Dans le sol, les valeurs étaient dans la gamme habituelle et montrent une diminution de SUVA avec la profondeur. Ces indices ne révèlent pas d'impact significatif des apports en raison de l'activité biologique et de la forte minéralisation des matières organiques sous les conditions méditerranéennes. Cependant des relations ont été mises en évidence entre les conditions physiques et les propriétés optiques des matières organiques dissoutes des sols.

IV.3. Concentration et Spéciation des ETM

IV.3.1. Le Cuivre (Cu)

IV.3.1.1. Teneurs totales du Cu dans la boue et EUE

La boue et les eaux usées épurées (EUE), issues de Step de boumerdes, appliquées sur les sols agricoles contiennent respectivement 154,39 mg.kg⁻¹ de matières sèches (MS) et 13,58 µg.L⁻¹ de Cu, des teneurs équivalentes à 154,39 g.t⁻¹ et 13,58 mg.m⁻³ (tableau 37). Si pour les boues et les eaux les teneurs en Cu sont inférieures aux valeurs limites recommandées par la norme AFNor 44-041 et celle de la FAO (2003), les sols étudiés présentent dans certains cas des concentrations en Cu supérieures à la limite de 150 mg.kg⁻¹ (tableau 70). La contrainte à la valorisation agricole, se présente non seulement en termes de qualité de la boue et des EUE mais également dans le mode d'irrigation et de l'épandage (fréquences et doses adoptées).

Tableau 37. Teneurs en cuivre (mg.kg⁻¹) de la boue des EUE et des sols.

	0-40cm	[Cu] sol / [Cu] S-NA
S-SS	70,8	3,2
S-TW	150,9	6,8
S-STW	122,0	5,5
S-WR	31,8	1,4
S-NA	22,3	1,0
Boue (mg.kg ⁻¹)	154,4	-
EUE (µg.L ⁻¹)	13,6	-

IV.3.1.2. Teneurs totales du Cu dans les sols

Les échantillons de sols destinés à la détermination des métaux ont été prélevés sur trois profondeurs : de 0 à 10cm (p1), de 10 à 25cm (p2) et de 25 à 40cm (p3). La teneur totale en Cu enregistrée sur les échantillons varie entre 25,6 et 157,3 mg.kg⁻¹.

L'amendement des sols avec la boue et l'irrigation avec les EUE, ont entraîné une contamination importante, comparativement à la parcelle témoin S-NA présentant une concentration de 22,32 mg.kg⁻¹. Les traitements appliqués ont engendré une accumulation de Cu allant de 50 à 600% de la teneur du témoin (tableau 37). Les EUE constituent un vecteur de contamination en cuivre deux fois plus important que la boue, cela est vérifié aussi avec la modalité d'application associant la boue et les EUE qui provoquent aussi une contamination certes inférieure aux EUE, mais supérieure à celle de la boue appliquée seule. L'utilisation de l'eau de rivière sur le sol S-WR a induit une augmentation faible de la concentration en Cu, ainsi cette eau ne constitue pas une source de contamination cuprique des sols.

IV.3.1.3. Distribution du Cu sur le profil du sol

Les résultats obtenus sur les trois profondeurs prospectées (p1, p 2 et p3) des sols étudiés montrent que les concentrations en Cu ne présentent pas de grandes variations. L'écart est généralement inférieur à 10 mg.kg⁻¹ sur le profil de 0 à 40cm (tableau 37 et 38). La concentration totale diminue globalement avec la profondeur, sauf dans le cas du sol S-SS amendé avec la boue. Sur le sol S-TW, la concentration en Cu diminue en fonction de la profondeur, mais l'écart observé varie de 2 à 12 mg.kg⁻¹. Cette diminution en fonction de la profondeur est vérifiée aussi dans les sols S-STW et S-WR. En présence d'une irrigation le Cu s'accumule de manière importante dans les 25 premiers centimètres du sol.

Sur le sol S-SS les trois prélèvements présentent des teneurs en Cu semblables et nettement inférieures aux sols irrigués avec EUE (tableau 38). Bien que la quantité de Cu introduite par la boue soit importante (par rapport aux EUE), l'accumulation au sein du sol semble limitée par les processus de transfert du Cu vers les couches profondes du sol. Ainsi, la distribution initiale du Cu sur le profil, représentée par le sol S-NA, est perturbée par les apports qui augmentent la concentration en fonction de la nature de l'apport et de la présence des irrigations.

Tableau 38. Distributions de la concentration du Cu en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS p1	0,7	2,5	54,0	9,4	33,3
S-SS p2	0,6	3,0	58,4	9,1	28,8
S-SS p3	0,4	3,1	62,0	7,8	26,7
S-TW p1	0,5	7,0	65,3	10,3	16,9
S-TW p2	0,7	6,2	64,0	10,6	18,4
S-TW p3	0,8	8,3	61,8	7,9	21,2
S-STW p1	0,5	3,7	58,8	7,9	29,1
S-STW p2	0,9	4,3	61,7	8,3	24,7
S-STW p3	0,3	4,0	56,0	6,6	33,0
S-WR p1	0,2	1,1	27,4	1,8	69,5
S-WR p2	0,6	0,8	23,0	7,1	68,5
S-WR p3	0,6	0,6	14,8	4,8	79,2
S-NA p1	2,0	3,6	62,1	5,3	27,0
S-NA p2	1,3	2,8	67,5	6,1	22,3
S-NA p3	2,6	3,6	51,2	1,4	41,2

L'examen de la distribution de la teneur totale sur les phases porteuses, en fonction de la profondeur du sol, montre de faibles variations pour les fractions F-wat, F-ac, F-oxi et F-res. En revanche la F-red, dans le cas des sols ayant reçus de la boue et/ou des EUE, présente une variation assez importante en fonction de la profondeur. Au sein du sol S-SS la teneur du Cu

liée à F-red augmente avec la profondeur du sol. Sur les autres sols (S-TW, S-STW, S-WR et S-NA), nous constatons par contre une diminution de la proportion de F-red avec la profondeur. En outre, la phase F-red majoritaire, présente une plus forte teneur en Cu sur les couches superficielles p1 et p2 caractérisées par une compaction inférieure à p3.

IV.3.1.4. Affinité du Cu aux phases porteuses du sol

L’affinité du Cu avec les phases porteuses est variable en fonction de la nature du traitement. Les sols traités avec les effluents de la Step ont un ordre d’affinité semblable à celui du sol témoin S-NA, cette affinité répond à l’ordre suivant : F-red > F-res > F-oxi > F-ac > F-wat. En revanche, l’irrigation avec l’eau de rivière a produit une distribution différente, une plus grande proportion de Cu apporté par les eaux est incrustée dans le réseau cristallin de minéraux. Ainsi, le Cu présente une affinité différente dans l’ordre suivant : F-res > F-red > F-oxi > F-ac > F-wat.

Tableau 39. Proportions du Cu (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS	0,53	2,93	58,91	8,65	28,99
S-TW	0,71	<u>7,21</u>	63,47	<u>9,49</u>	<u>19,13</u>
S-STW	0,64	4,05	59,21	7,72	28,38
S-WR	0,49	0,82	21,66	4,88	72,15
S-NA	1,76	<u>3,19</u>	62,53	<u>4,88</u>	<u>27,63</u>

Le mode d’utilisation des sols engendre un effet sur la complexation du Cu aux phases porteuses. En effet, l’irrigation du sol induit une faible affinité avec la F-res au profit des autres fractions (réductible, acido-soluble et oxydable), donc une biodisponibilité plus importante (tableau 39, figure 41). Dans le cas des sols S-SS, S-STW et S-NA, la F-res dispose d’une quantité de Cu équivalente à de 30 % de la teneur totale, alors que sur le sol S-TW, cette dernière représente seulement 19,13 %. La présence des EUE, réduit la proportion de la phase résiduelle F-res dans le S-TW, de près de 8,6% (27,63-19,13) par rapport au sol S-NA. Cette portion est répartie sur les phases F-ac, F-red et F-oxi, avec une forte proportion sur F-ac (+4,02%) et F-oxi (+4,61%) (Tableau 39).

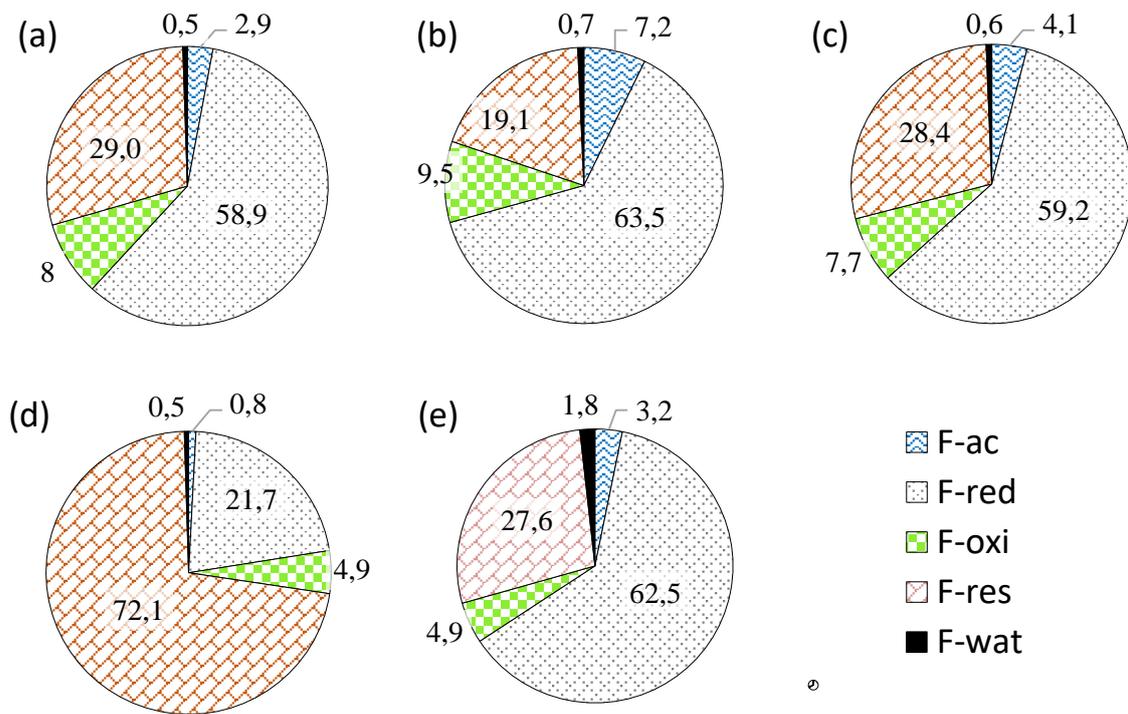


Figure 41. Proportion (%) de la teneur en Cuivre par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).

L'application simultanée de la boue et des EUE sur le sol S-STW, a automatiquement élevé la proportion portée par F-res, et elle a diminué la fraction portée sur la F-ac, F-red et la F-oxi par rapport à la répartition déterminée sur la parcelle S-TW. Ce constat, est vérifié aussi dans le cas de la modalité d'un épandage de la boue seule (S-SS), où la proportion liée à la F-res augmente sensiblement au détriment des autres phases porteuses.

L'affinité du Cu dans le cas du sol S-WR, irrigué avec l'eau de rivière, induit une répartition opposée aux autres sols ; la F-res domine la teneur totale à hauteur de 72,15% (tableau 39, figure 41). L'apport de la boue résiduaire sur les sols, seule ou associée à l'EUE, engendre une répartition identique de la teneur totale sur les phases porteuses majoritaires F-red et F-res. Dans le cas de la phase oxydable (F-oxi) la diminution de la proportion suite la présence de la boue (S-SS «8,65%», S-STW «7,72%», S-TW «9,49%») serait probablement liée non pas à la quantité totale de matières organiques dans le sol mais plutôt à la nature des fractions de matières organiques et leur affinité avec le cuivre, tel que signalé par Ross (1994).

Les apports de la boue et des EUE, ont aussi impacté les proportions des fractions F-wat et F-ac ; comparativement au sol S-NA. D'une part, il y a eu réduction de la part de Cu fixée sur la fraction hydrosoluble (F-wat) et qui représente le Cu dissous dans les eaux interstitielles (eau libre) du sol et la fraction acido-soluble. Cette part représente près de 4,95%, équivalente 1,1

mg.kg⁻¹, est susceptible d'être lixiviée facilement vers les horizons profonds du sol et la nappe phréatique.

IV.3.1.5. Affinité et biodisponibilité du Cu dans le sol

Les tableaux 39 et 40 expriment la distribution du Cuivre déterminée sur les sols étudiés en fonction des phases porteuses, donc de sa biodisponibilité actuelle et potentielles et de sa mobilité entre compartiments du sol. Les apports de la boue et des EUE agissent dans l'environnemental par la teneur totale, mais plus particulièrement par la distribution sur les phases porteuses. La proportion liée aux phases susceptibles de libérer le Cu sous les conditions édaphiques naturelles est une donnée cruciale, définissant le risque environnemental à court, moyen et long terme.

Tableau 40. Teneurs totales du Cu (mg.kg⁻¹) et proportion (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

	Som. Fractions (wat, ac, red, oxi)	Fraction résiduelle	Som.	Som. Fractions (wat, ac, red, oxi)	F-res
	(mg.kg ⁻¹)			(%)	
S-SS	50,26	20,52	70,78	71,01	28,99
S-TW	122,03	28,86	150,89	80,87	19,13
S-STW	87,41	34,63	122,04	71,62	28,38
S-WR	8,85	22,92	31,77	27,85	72,15
S-NA	16,16	6,17	22,33	72,37	27,63

Les quantités de Cu solubilisées à l'étape F-wat et F-ac par l'eau Milli-Q (ultra pure) puis les nitrates de potassium et l'acétate de sodium (à pH5) représentent la fraction labile facilement biodisponible. L'extraction réalisée à l'étape F-red et étape F-oxi permet d'évaluer la teneur de Cu potentiellement labile ou disponible dans un contexte réducteur et dans un contexte oxydant. L'étape F-res réalisée avec une attaque à l'eau régale permet de connaître la quantité liée aux minéraux primaires et secondaire du sol, cette fraction est considérée non biodisponible dans les conditions édaphiques naturelles.

La somme des teneurs potentiellement biodisponible représente 72% après application de la boue (seule ou associées aux EUE), mais suite à l'irrigation du sol avec les EUE cette proportion atteint 81% de la teneur totale (soit 122mg.kg⁻¹) (tableau 40, figure 42). La proportion complexée aux phases potentiellement biodisponible (échangeable, réductible et oxydable), constitue le risque environnemental de la contamination cuprique dans le cas d'application des effluents de Step sur les sols agricoles. La fraction facilement disponible dans le sol S-TW,

représentant une proportion de 7,9% de teneur totale, est 2 fois plus importante que dans le cas des sols amendés (S-SS, et S-STW) et du sol témoin S-NA (tableau 39).

En revanche l'irrigation à l'eau de rivière, engendre sur le sol S-WR une complexation de nature opposée avec les autres sols. Elle est très élevée avec la phase résiduelle, ainsi la proportion de Cu potentiellement biodisponible se trouve réduite à 27,6% de la teneur total, équivalente à 8,87 mg.kg⁻¹).

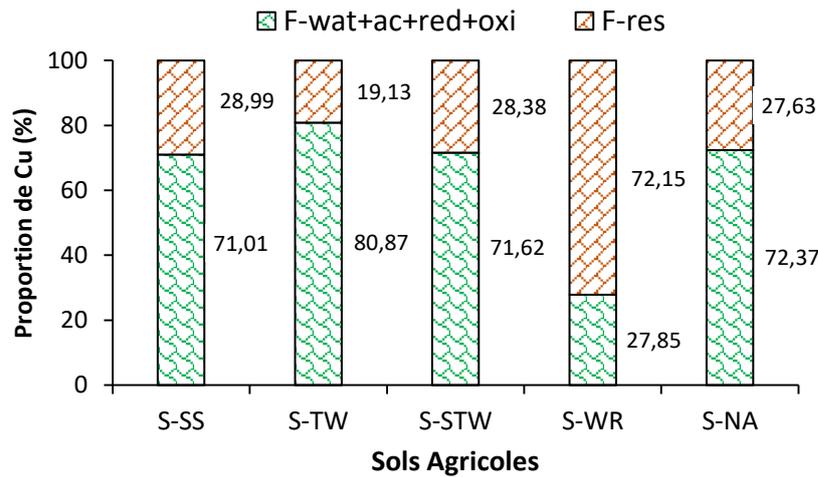


Figure 42. Proportion en Cu (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

IV.3.2. Le Plomb

IV.3.2.1. Teneurs totales du Pb dans la boue et EUE

La boue produite à la Step de Boumerdes, contient une teneur en Pb de 93,76 mg.kg⁻¹ de matières sèches, alors que les EUE ont une teneur inférieure à la limite de détection (Ld) de 17,40 µg.L⁻¹. Si pour la boue la teneur en Pb est inférieure à la valeur limite recommandée de 800 mg.kg⁻¹ par la norme AFNor, par contre, les sols étudiés disposent de concentrations nettement supérieures à celle du sol témoin S-NA et qui sont globalement équivalentes à 30% de la valeur (100 mg.kg⁻¹) de la norme AFNor 44-041.

IV.3.2.2. Teneurs totales du Pb dans les sols

Les concentrations en Pb, enregistrées sur les échantillons des sols étudiés, sont variables en fonction de la nature de l'apport considéré. Elles évoluent entre 16,38 et 40,12 mg.kg⁻¹. Comparativement au sol témoin S-NA, dont la concentration est de 20,27 mg.kg⁻¹), l'application de la boue ou l'irrigation avec les EUE et les eaux de rivière a conduit à une accumulation en Pb allant de 1,4 à 2 fois (tableau 41). Ces niveaux de contamination suggèrent une autre source de contamination, telles que les retombées atmosphériques importantes,

surtout provenant des échappements automobiles, induisant une sorte de répartition équitable du Pb sur les sols.

Les teneurs des sols S-SS et S-STW, témoignent d'une forte capacité de contamination des sols par la boue. L'application simultanée de la boue et des EUE, accentue encore plus l'accumulation du Pb dans le sol. Quant à l'impact des EUE, bien que l'analyse relève une teneur très faible, l'irrigation fréquente du sol S-TW a engendré une teneur supérieure au sol témoin. Ainsi, Les effluents de la Step de Boumerdes constituent un vecteur de contamination des sols agricoles en Pb.

Tableau 41. Teneurs en Pb (mg.kg⁻¹) de la boue, des EUE et des sols.

	0-40cm	[Pb] sol / [Pb] S-NA
S-SS	33,8	1,7
S-TW	28,3	1,4
S-STW	37,6	1,9
S-WR	37,5	1,9
S-NA	20,3	1,0
Boue	93,7	-
EUE (µg.L ⁻¹)	< Ld	-

IV.3.2.3. Distribution du Pb sur le profil du sol

L'examen des concentrations des couches du sol S-NA, montre qu'en absence d'apports extérieurs la teneur en Pb augmente en fonction de la profondeur du sol. Sur les sols traités, nous avons des situations différentes résultant essentiellement des processus de mobilité, d'accumulation et de complexation du Pb avec les constituants organiques et minéraux du sol.

L'irrigation avec les EUE induit une homogénéité dans la distribution du Pb dans l'épaisseur de 0 à 40 cm avec une légère accumulation en profondeur (figure 43). L'apport d'EUE associé à la boue, sur le sol S-STW conduit à une teneur en Pb supérieure à celle des sols S-TW et S-SS. La présence des irrigations dans le cas du sol S-STW a mis en place un gradient décroissant de la teneur en fonction de la profondeur du sol. En revanche, au sein du sol S-SS, la forte concentration en Pb se trouve dans la couche p2, et la plus faible dans la couche p3. Ces observations montrent que la distribution du Pb en fonction de la profondeur du sol est influencée par les irrigations, et par la concentration des matières complexantes telles que les matières organiques en fonction de la profondeur du sol.

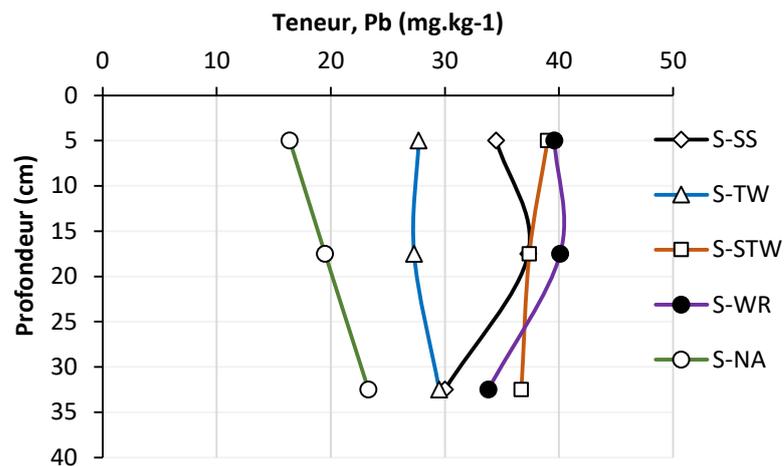


Figure 43. Teneur totale (mg.kg⁻¹) en Pb des sols en fonction de la profondeur

IV.3.2.4. Affinité et biodisponibilité du Pb dans le sol

L'extraction séquentielle montre que, dans le sol, le Pb est lié uniquement à trois phases. L'affinité du Pb par rapport aux phases porteuses évolue en fonction de la nature de l'apport (figure 44). En effet l'application séparée des EUE et de la boue, implique sur le sol une affinité dans l'ordre suivant F-red > F-res > F-oxi > F-wat ≈ F-ac, semblable au sol témoin et avec une proportion de près de 50% portée par la F-red. En revanche l'application simultanée de la boue et des EUE sur le sol S-STW oriente l'affinité du Pb plus sur la phase résiduelle (F-res) et rehausse ainsi sa proportion à près de 54%. Ce déplacement de l'affinité a été aussi observé dans le cas du cuivre. Dans le sol S-WR, irrigué à l'eau de rivière, le Pb est majoritairement porté par la F-res avec une proportion de 72%, suivi de la fraction F-red avec 24% et F-oxi avec 4% (tableau 42).

L'épandage de la boue a produit sur le sol S-SS une complexation importante de Pb (59,12%) sur la phase réductible, représentée par les oxydes Fe, l'Al et Mn. Sur les fractions, résiduelle et oxydable, les proportions sont respectivement de 35,21 et 5,67 %. Sur le plan environnemental cette distribution implique que près de 66% de la concentration en Pb (soit 22 mg.kg⁻¹) sont potentiellement biodisponibles sous les conditions pédologiques naturelles.

L'apport de la boue associé aux EUE (S-STW), est la modalité qui induit certes une contamination en Pb quantitativement semblable à celle du sol S-SS, mais montre une répartition de la teneur totale en Pb différente. En effet il se produit une complexation plus importante sur la F-res (soit 53,78%) que sur la F-red (42,07%), et à seulement 3,89% sur la F-oxi. Cette association (boue+EUE) procure au Pb une plus forte complexation dans le réseau cristallin des minéraux (argileux) à la faveur probablement de la forte humidité du sol. Par

conséquent, les fractions susceptibles de libérer le Pb sous les conditions naturelles du sol (F-ac, F-red, F-oxi) représentent une proportion de 46,22 % soit 17,36 mg.kg⁻¹.

Tableau 42. Proportions PB (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS	0,00	0,00	59,12	5,67	35,21
S-TW	0,00	0,00	51,71	5,86	42,43
S-STW	0,26	0,00	42,07	3,89	53,78
S-WR	0,00	0,00	23,86	4,37	71,77
S-NA	1,29	0,00	48,38	0,68	49,66

L'irrigation avec les EUE a engendré une complexation du Pb dans le sol S-TW de 51,71% avec la F-red, 41,9% sur la F-res et 5,7% sur la F-oxi. La part de Pb susceptible d'être biodisponible représente dans ce cas, près de 58% de la teneur totale (soit 16,1 mg.kg⁻¹).

L'utilisation des eaux de rivière durant la période estivale (sol S-WR) a introduit une contamination en Pb semblable à celle enregistrée sur le sol S-STW (boue+EUE), mais avec une spéciation différente. En effet, dans ce cas **71.77%** de la teneur totale (soit 26,95 mg.kg⁻¹) se trouvent liés avec la F-res, donc incrustés dans le réseau cristallin des minéraux et environ 28% sont portés par la F-red et la F-oxi. La part échangeable (à court et moyen termes) est de 10,6 mg.kg⁻¹, une quantité légèrement supérieure à celle du sol S-NA (9.95 mg.kg⁻¹).

Globalement, la concentration en Pb présente dans les sols S-SS, S-TW, S-STW et S-WR est portée à près de 95 % sur les phases F-red et F-res. Le Pb complexé aux matières organiques représente une faible proportion : comprise entre 4,4 et 5,9% (tableau 45). Les phases hydrosoluble et échangeable ne sont pas porteuses de Pb dans le cas des sols irrigués à l'EUE ou amendés avec la boue. Sur le sol S-NA, le Pb est porté à des proportions semblables sur les fractions F-res et F-red représentant près de 98 % de la concentration totale. Les résultats ci-dessus (tableau 42) montrent que plus la quantité du Pb dans le sol est importante (le cas de S-STW et S-WR) et en présence des irrigations, il se produit une complexation de ce métal de façon préférentielle avec la phase résiduelle.

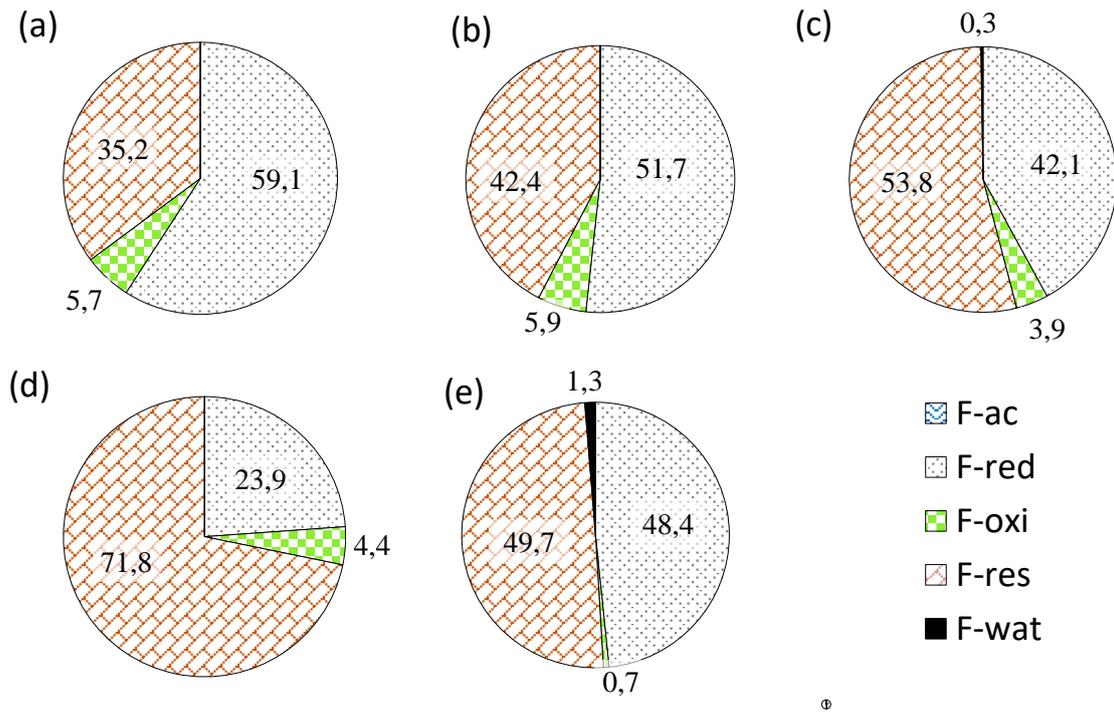


Figure 44. Proportions (%) de la teneur en Plomb par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).

IV.3.2.5. Affinité du Pb sur le profil du sol

En fonction de la profondeur du sol, la proportion des différentes phases porteuses du Pb présentent une variation peu importante sur les trois couches prospectées p1, p2 et p3 (figure 45). Principalement, la fluctuation dans la distribution des fractions est plus liée à la variation du poids que prend la fraction résiduelle (F-res) par rapport à la fraction réductible (F-red).

La distribution induite, sur la F-red et la F-res, suite à l'apport de la boue sur les sols S-SS, présente une fluctuation assez faible et semblable au sol S-NA. En revanche, sur les autres sols (S-TW, S-STW et S-WR), la fluctuation dans la proportion des fractions, en fonction de la profondeur du sol, est importante surtout entre la couche profonde p3 et les deux autres couches superficielles p1 et p2 (figure 45). Cependant la comparaison entre les sols S-SS, S-STW et S-TW montre que l'apport de boue, contrairement aux EUE, procure des concentrations assez stables des fractions F-red et F-res sur les trois profondeurs du sol. D'autre part, le déplacement de l'affinité constaté est en faveur de la fraction résiduelle sur tous les sols.

La complexation du Pb avec les matières organiques du sol présente un gradient lié à la présence de la boue. En effet, nous constatons que la concentration de Pb lié à la fraction F-oxi diminue en fonction de la profondeur dans le cas des sols S-SS et S-STW, mais qu'elle augmente dans le cas des sols S-TW et S-WR (tableau 43). Ce profil de distribution du Pb en fonction des

phases porteuses est aussi le résultat de l'action dissolvante de l'eau qui permet une répartition homogène des éléments dans le sol et procure un moyen de transfert du Pb via les colloïdes organiques et minéraux.

Sur le sol S-NA, la teneur totale en Pb enregistre une allure croissante en fonction de la profondeur ; ce comportement est dicté par les fractions F-res et F-red qui augmentent, alors que les autres fractions restent sensiblement stable avec la profondeur.

Tableau 43. Distributions de la concentration du Pb en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS p1	0,0	0,0	56,5	6,6	37,0
S-SS p2	0,0	0,0	60,5	5,1	34,4
S-SS p3	0,0	0,0	59,3	5,7	35,1
S-TW p1	0,0	0,0	55,9	4,7	39,5
S-TW p2	0,0	0,0	53,3	5,8	41,0
S-TW p3	0,0	0,0	48,2	6,6	45,2
S-STW p1	0,0	0,0	44,5	4,2	51,3
S-STW p2	0,7	0,0	47,5	3,8	48,1
S-STW p3	0,0	0,0	34,2	3,8	62,0
S-WR p1	0,0	0,0	25,4	3,1	71,5
S-WR p2	0,0	0,0	24,8	4,7	70,5
S-WR p3	0,0	0,0	21,7	4,9	73,4
S-NA p1	1,8	0,0	54,9	0,0	43,3
S-NA p2	0,0	0,0	56,4	0,0	43,6
S-NA p3	2,1	0,0	39,4	1,5	57,1

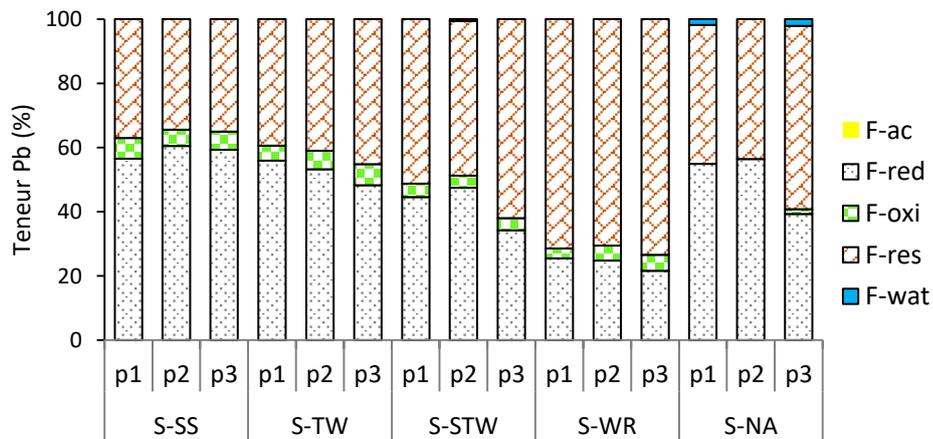


Figure 45. Proportions des fractions porteuses de Pb en fonction de la profondeur des sols.

IV.3.3. Le Nickel

IV.3.3.1. Teneurs totales du Ni dans la boue et les EUE

La teneur en Ni de la boue est de 202,47 mg.kg⁻¹ de matières sèches. Cette teneur est inférieure à la valeur limite de 420mg.kg⁻¹ dans les boues instaurée par l'USEPA (1992), mais dépasse la valeur limite de 200 consignée dans la norme AFNor 44-041. Ces résultats indiquent que la boue de la Step de Boumerdes renferme des teneurs en Ni assez élevées. Pour les EUE, la teneur enregistrée est faible, elle se situe sous la Ld de 6,73 µg.L⁻¹ (tableau 44).

IV.3.3.2. Teneurs totale du Nickel dans les sols

Les teneurs totales en Ni enregistrées sur les sols étudiés varient entre 11,8 et 58,6 mg.kg⁻¹ sur la profondeur prospectée (tableau 44). Au niveau des sols, la boue et les EUE induisent un effet net de contamination. Cependant les valeurs-limites recommandées notamment par la norme AFNor (50 mg.kg⁻¹) et la directive européenne 86/278 (50-75mg.kg⁻¹), pour les sols ne sont pas atteintes. Ces valeurs indiquent par ailleurs que dans certains échantillons la concentration atteint 50% de la norme et que dans le futur, tout amendement serait susceptible d'apporter des concentrations de nature à accentuer cette contamination. Comparativement au sol S-NA, la croissance de la teneur est voisine de 1,5 fois suite à l'apport de la boue et des EUE. La concentration, dans le cas du sol S-WR irrigué à l'eau de rivière, est 3 fois supérieure au sol témoin, et elle est nettement supérieure à la norme dans la couche p2 (59 mg.kg⁻¹).

Malgré que la teneur en Ni de l'EUE soit très faible, au niveau du sol S-TW le Ni se présente avec une teneur totale de 20,08 mg.kg⁻¹, une accumulation importante c'est donc produite suite aux irrigations (tableau 44).

L'apport de la boue seule, sur le sol S-SS, a induit une accumulation équivalente à 1,5 fois celle du sol témoin. L'association de la boue et des EUE a engendré une accumulation inférieure à celle du sol S-SS. Ceci implique, qu'en présence d'irrigation, le Ni s'accumule moins à la surface du le sol, suite à son transfert par lixiviation vers les horizons profonds (tableau 44).

Dans le cas du sol S-WR, irrigué à l'eau de rivière, la concentration du Ni est importante (42 mg.kg⁻¹). A l'heure actuelle, nous ne disposons pas d'une analyse de l'eau en question, notre hypothèse est que la contamination serait liée à l'eau de la rivière recueillant différents rejets incontrôlés des unités industrielle présentes dans la région.

Tableau 44. Teneurs en Nickel (mg.kg⁻¹) dans la boue, les EUE et les sols.

	0-40cm	[Ni] sol / [Ni] S-NA
S-SS	23,9	1,5
S-TW	20,1	1,3
S-STW	21,8	1,4
S-WR	42,0	2,7
S-NA	15,4	1,0
Boue	202,5	-
EUE	< Ld	-

IV.3.3.3. Distribution du Ni sur le profil du sol

Sur le sol S-NA, la teneur totale en Ni est croissante en fonction de la profondeur du sol (tableau 44). Les autres sols (S-SS, S-TW, S-STW et S-WR) présentent des concentrations en Ni variables d'une couche à une autre, les écarts calculés entre les 3 couches sont compris entre 5 à 15 mg.kg⁻¹. Cependant, nous notons que, sur les sols S-TW et S-STW irrigués avec les EUE, la couche intermédiaire enregistre la teneur la plus faible. Contrairement aux sols S-SS et S-WR où cette couche (p2) a la plus forte teneur. Ceci implique que le transfert du Ni le long du profil est impacté par la nature des apports.

Sur les sols S-TW et S-STW, la concentration en Ni des trois profondeurs sont similaires. Cet écart faible est peut-être lié à l'eau et le transfert du Ni le long du profil. En présence d'une irrigation, l'accumulation de Ni dans les couches superficielles est plus importante. Le Ni est plus retenu dans les 25 premiers centimètres du sol par rapport à la couches profonde p3 (25 à 40cm). Comparativement aux concentrations enregistrées sur le sol S-NA, la boue a induit une élévation de la teneur dans les deux premières couches prospectées (p1 et p2), mais la couche profonde (p3) garde une teneur en Ni semblable à celle de S-NA (tableau 44).

IV.3.3.4. Affinité et biodisponibilité du Ni dans le sol

L'extraction séquentielle montre que, le Ni présente une affinité importante essentiellement avec trois phases : F-red, F-oxi et F-res. La complexation du Ni aux phases hydrosoluble et acido-soluble (F-wat et F-ac) est faible, elles représentent une proportion inférieure à 0,3% de la teneur totale.

Globalement, l'ordre de répartition de la concentration totale sur les différentes phases porteuses est identique dans les sols étudiés, il se présente de la manière suivante : F-res > F-ac > F-oxi > F-wat ≈ F-ac (tableau 45). Le Ni présente une affinité à près de 70 % avec la F-res ; à 20% avec la F-red et à 10% avec la F-oxi. Du point de vue du risque environnemental, nous pouvons considérer que pas moins de 30 % de la teneur totale en Ni, sont liées aux oxydes de fer et des matières organiques et peuvent, avec le temps, devenir biodisponible.

En fonction de la nature de l'apport, il se produit dans le sol un déplacement spécifique du Ni vers les phases porteuses. En effet, dans le cas du sol S-SS, le Ni apporté par la boue est relativement plus complexé aux matières organiques (12,83 %), plus que dans le cas des autres sols (tableau 45). Ceci est confirmé aussi dans le sol S-STW où l'apport de la boue associé aux EUE a admis une complexation plus intense avec la F-oxi (9,51 %) en comparaison au sol S-TW où F-oxi ne représente que 7,91 %. Par ailleurs, on peut noter que la présence des irrigations permet une complexation de Ni avec la phase résiduelle au détriment au premier lieu de la F-oxi et en second lieu de F-red.

L'utilisation des effluents de Step de Boumerdes, la boue et les EUE, induit une complexation de Ni avec les matières minérales et organiques du sol en fonction de la modalité d'application. Les irrigations avec les EUE placent 7,91 % et 17,18 % de la teneur totale respectivement sur les matières organiques et les oxydes de Fe et de Mn. L'épandage de la boue seul engendre une plus forte biodisponibilité de Ni avoisinant 30 % de la teneur totale, soit 12,83 % de la concentration totale sont portés par les matières organiques et 18,61 % par les oxydes et hydroxydes (tableau 45).

Tableau 45. Proportions Ni (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS	0,00	0,00	18,61	12,83	68,56
S-TW	0,00	0,00	17,18	7,91	74,91
S-STW	0,14	0,00	15,00	9,51	75,34
S-WR	0,18	0,00	24,66	10,28	64,87
S-NA	0,44	0,66	21,85	8,75	68,30

IV.3.3.5. Affinité du Ni sur le profil du sol

La fraction réductible dispose dans le sol d'une proportion de Ni assez variable en fonction de la profondeur du sol et ce quelque soit le traitement considéré. Cette variation est très importante dans le cas des sols S-TW et S-WR, respectivement irrigués par l'EUE et l'eau de rivière. Par contre la présence de la boue (seule ou associée à l'EUE) introduit une certaine stabilité de la proportion de Ni lié à la F-red en fonction de la profondeur, de façon semblable à ce qui est observé sur le sol témoin sans apport. Les proportions enregistrées par la F-oxi, sur les sols S-STW, S-TW, S-WR et S-NA sont assez proches, elles sont comprises entre 7 et 10,9 %. Sur le sol S-SS, la boue seule attribue une forte proportion pour la F-oxi (24,3 %) sur la couche superficielle, représentant une teneur équivalente au double de la concentration des couches profondes (tableau 46).

Dans les sols étudiés, la proportion de Ni liée à la F-res est fonction de la profondeur du sol et de la nature de l'apport. La quantité de Ni portée par la F-res, sur les trois couches échantillonnées, est croissante dans le cas des sols S-TW, S-STW et S-NA. En revanche, avec la boue la distribution est variable, une forte accumulation est enregistrée sur la couche intermédiaire p2 (22,45 mg.kg⁻¹), équivalente au double de la concentration de p1 et p3.

Tableau 46. Distributions de la concentration du Ni en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS p1	0,0	0,0	20,5	24,3	55,2
S-SS p2	0,0	0,0	15,5	9,4	75,1
S-SS p3	0,0	0,0	22,0	10,4	67,6
S-TW p1	0,0	0,0	37,6	7,0	55,4
S-TW p2	0,0	0,0	11,8	8,6	79,5
S-TW p3	0,0	0,0	8,5	7,9	83,6
S-STW p1	0,0	0,0	15,7	8,7	75,6
S-STW p2	0,4	0,0	18,8	10,6	70,2
S-STW p3	0,0	0,0	10,8	9,1	80,2
S-WR p1	0,0	0,0	14,0	9,2	76,8
S-WR p2	0,1	0,0	38,3	10,9	50,7
S-WR p3	0,4	0,0	7,9	9,9	81,8
S-NA p1	0,0	1,5	26,5	8,6	63,4
S-NA p2	0,0	1,1	26,0	8,8	64,1
S-NA p3	1,0	0,0	16,9	8,7	73,4

IV.3.3.6. Affinité et biodisponibilité du Ni dans le sol

L'extraction séquentielle montre que, dans le sol, la distribution sur les phases porteuses et la biodisponibilité du Ni est fonction de la nature de l'apport. En effet, le Ni apporté par la boue est relativement plus complexé aux matières organiques dans le sol S-SS (12,83 %) ; et le sol S-STW (9,51%) (Figure 46), mais la somme des teneurs complexées avec la F-red et la F-oxi avoisine 30% (soit 6 mg.kg⁻¹). Cette somme considérée potentiellement biodisponible, représente sur les sols S-SS, S-TW et S-STW respectivement 31,44 ; 25,09 et 24,66 % (tableau 47, figure 47) ; des proportions comparables à celle du sol témoin.

L'épandage de la boue est un vecteur de contamination en Ni plus important que les EUE pour les sols agricoles. Cependant, les résultats obtenus sur le sol S-WR, montrent que les eaux de rivière entraînent une plus forte contamination et une proportion potentiellement biodisponible plus importante, atteignant 35,13% de la teneur totale, soit à 14,75mg.kg⁻¹ (tableau 47).

Tableau 47. Proportions Ni (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

	Som. Fractions (wat, ac, red, oxi)	F-res
S-SS	31,44	68,56
S-TW	25,09	74,91
S-STW	24,66	75,34
S-WR	35,13	64,87
S-NA	31,70	68,30

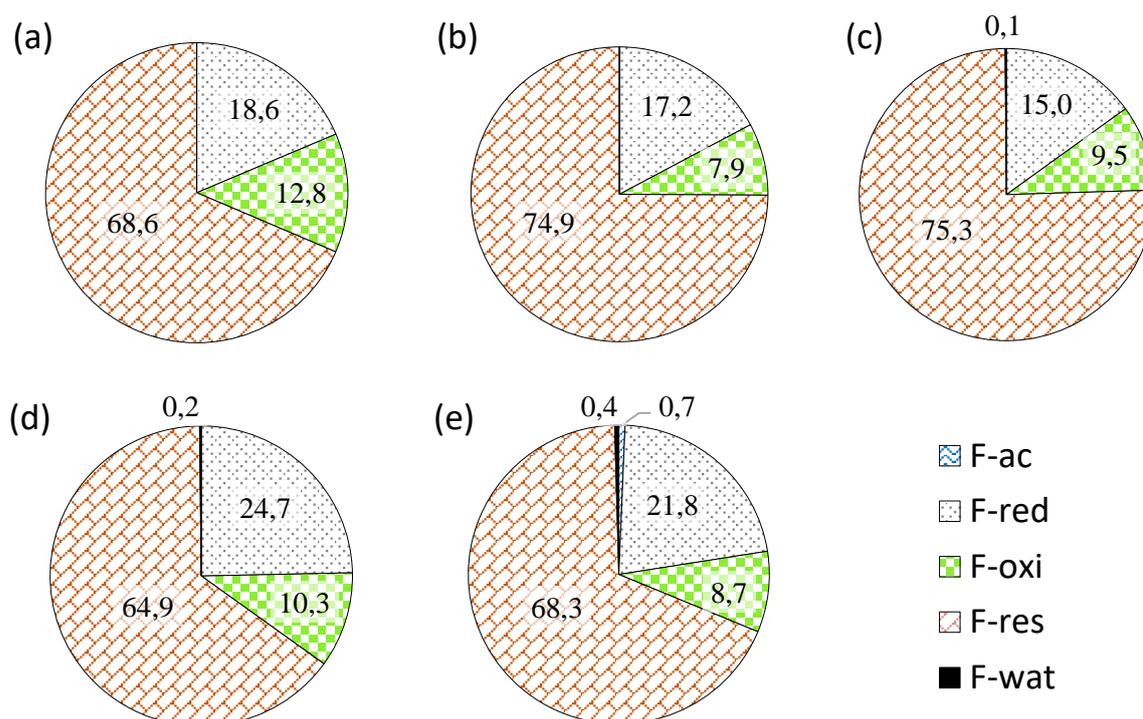


Figure 46. Proportions (%) de la teneur en Ni par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e)

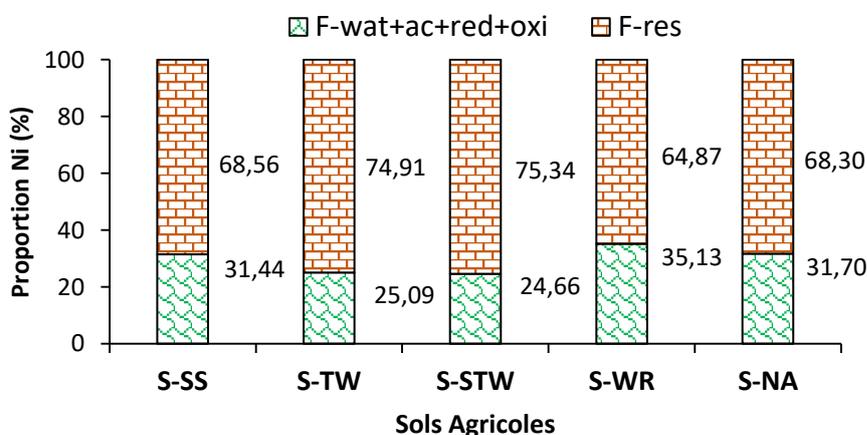


Figure 47. Proportions du Nickel (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

IV.3.4. Le Chrome

IV.3.4.1. Teneurs du Cr dans la boue et les EUE.

Les résultats présentés au tableau 48, indiquent des teneurs en Cr des sols étudiés et de la boue de la Step de Boumerdes. Dans la boue, nous avons 428,74 mg.kg⁻¹ de MS, cette teneur est inférieure à la valeur limite de 3000 mg.kg⁻¹ instaurée par l'USEPA (1992) et 1000mg.kg⁻¹ de AFNor 44 041. Pour les EUE, la teneur enregistrée est très faible, elle est inférieure à la Ld (19,01µg.L⁻¹) relative à la méthode de dosage utilisée.

IV.3.4.2. Teneurs totales du Cr dans les sols.

Les parcelles agricoles prospectées montrent que tous les traitements (boue, EUE, et eaux de rivière) ont introduit du Cr dans le sol à des proportions supérieures au sol témoin S-NA (tableau 48). Le Cr se trouve à des teneurs relativement plus importantes dans le cas des sols impliquant la boue (S-SS, S-STW), contrairement au sol S-TW irrigué avec les EUE. L'application de la boue induit une contamination 2 fois supérieure à celle des EUE. Sur la profondeur prospectée de 40cm, la valeur limite de 150 mg/kg, préconisée par la norme AFNor n'est pas atteinte, mais le croisement enregistré reste inquiétant surtout dans le cas de l'utilisation des eaux de rivière. En effet, le sol S-WR présente une teneur de 109,1 mg.kg⁻¹, une élévation de la teneur en Cr de l'ordre de 300 % la teneur du sol témoin.

Tableau 48. Teneurs en chrome (mg.kg⁻¹) de la boue, des EUE et des sols.

	0-40cm	[Cr] sol / [Cr] S-NA
S-SS	61,2	2,1
S-TW	42,5	1,5
S-STW	63,8	2,2
S-WR	109,1	3,7
S-NA	29,1	1,0
Boue	428.74	-
EUE	< Ld	-

IV.3.4.3. Distribution du Cr sur le profil du sol

Sur le sol témoin S-NA, les résultats enregistrés indiquent que la teneur en Cr augmente en fonction de la profondeur du sol (Tableau 51). Le profil de distribution ne présente pas la même allure sur les autres sols, la concentration est importante dans la couche intermédiaire (p2) et elle est assez semblable dans p1 et p3.

L'épandage de la boue sur le sol S-SS engendre une accumulation sur les trois couches considérées ; une plus grande concentration dans la partie intermédiaire (p2) du sol (80,0 mg.kg⁻¹

¹) que sur les autres couches p1 (52,1mg.kg⁻¹) et p2 (48,6 mg.kg⁻¹). Cette couche intermédiaire (p2) cumule à elle seule près de 2.7 fois la teneur moyenne du sol témoin S-NA (tableau 48).

Les sols S-TW et S-STW présentent une répartition assez semblable de la teneur totale en Cr en fonction de la profondeur, nous observons des écarts de 1 à 3 mg.kg⁻¹ entre les trois couches. Ainsi, en présence d'une irrigation avec les EUE, le Cr apporté est mobilisé de manière semblable en fonction de la profondeur prospectée de 0 à 40cm (tableau 48).

Dans le cas de l'irrigation avec l'eau de rivière (S-WR), l'accumulation du Cr, suit la même allure que celle du sol (S-SS) amendé avec la boue et montre une mobilisation plus importante dans la couche p2. La complexation avec les colloïdes organiques et les hydroxydes de Fe et de Mn, attribue au Cr une certaine mobilité dans le sol et un transfert vers les couches profondes.

Le Cr exogène, ainsi apporté par la boue et les eaux, dispose d'une capacité d'accumulation et de mobilité dans le profil. En effet, les élévations de la teneur en Cr touchent l'ensemble des couches prospectées. Les irrigations participent à une répartition assez régulière des teneurs en Cr dans le profil, cet effet est observé sur les sols des parcelles S-TW et S-STW comme dans le cas du Pb. Ce transfert est conforté aussi, par les données enregistrées sur la parcelle témoin (S-NA), où il y a une augmentation de la teneur en fonction de la profondeur.

IV.3.4.4. Affinité du Cr aux phases porteuses

La distribution de la teneur totale dans les sols S-SS, S-TW, S-STW et S-WR, montre que le Cr a une affinité importante avec la F-res. Cette fraction du sol correspond à près de 84 et 93% de la teneur totale (tableau 49). L'affinité avec les phases réductible et oxydables est très faible, elle est inférieure à 10%. L'ordre de affinité adopté sur les échantillons est globalement le suivant : est le suivant F-res > Fred > F-oxi > F-ac ≈ F-wat.

Tableau 49. Proportions Cr des fractions (%) en fonction dans la profondeur de 0 à 40cm.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS	0,00	0,00	7,98	6,29	85,73
S-TW	0,00	0,00	8,78	7,65	83,57
S-STW	0,17	0,00	6,22	6,47	87,14
S-WR	0,08	0,11	3,43	3,75	92,62
S-NA	0,00	0,00	13,42	8,84	77,73

La forte incrustation du Cr à l'intérieur du réseau cristallin des minéraux forme des composés stables et réduit les opportunités de biodisponibilités du Cr(III) dans le l'environnement. La proportion liée à la phase oxydable F-oxi est de l'ordre de 6 à 8%, ce qui correspond à une

quantité variant entre 3 et 4 mg.kg⁻¹, qui suite à la dégradation, des matières organiques, pourrait enrichir la solution du sol et être biodisponible aux cultures. En présence de ligands organiques, le Cr(III) constitue aussi des complexes organiques solubles, et augmenter sa disponibilité et sa mobilité au sein des sols (Fendorf, 1995). La répartition de la teneur totale en fonction des phases sur le sol S-NA garde une affinité majeure avec la phase résiduelle (77,73%), mais les phases oxydables et réductibles renferment respectivement 13,4 et 8,8 % (figure 48). En fonction du traitement appliqué au sol, le Cr adopte une répartition différente. Dans le cas du S-WR, le Cr issu des eaux de rivière, alimente plus la F-res, à hauteur de 93,6% et réduit la participation de la F-red et F-oxi, respectivement à 3,4 et 3,8 %.

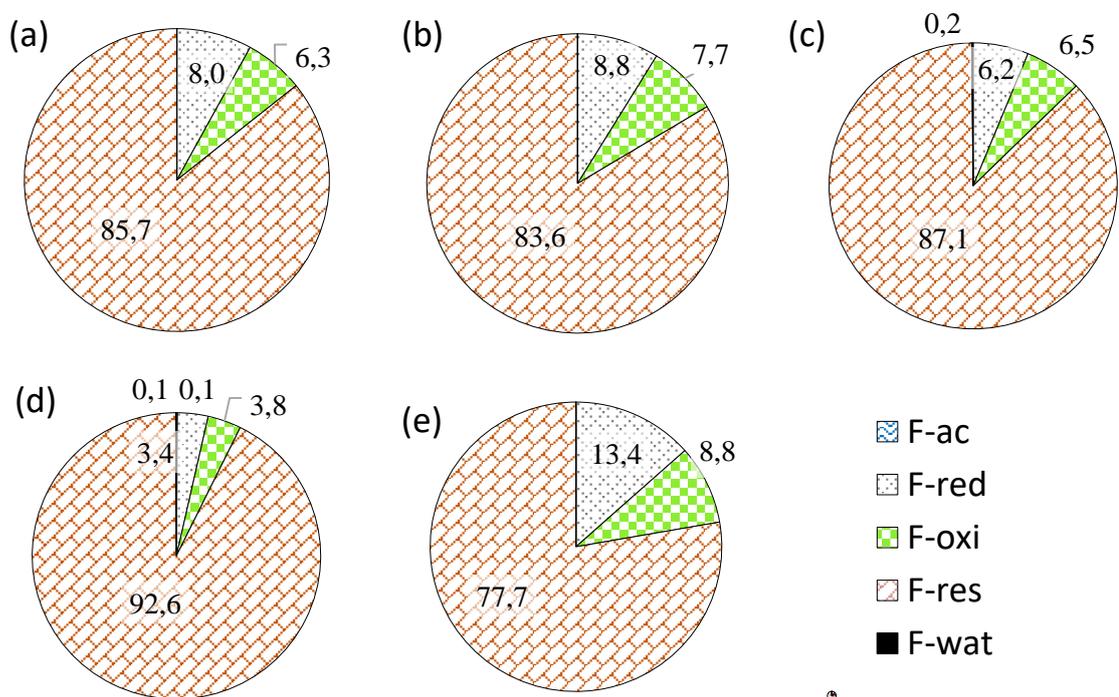


Figure 48. Proportions (%) de la teneur en Cr par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e)

Quant aux autres sols (S-SS, S-TW et S-STW), le Cr vient se mettre sur la phase F-res dans une proportion supérieure à celle trouvée sur le sol S-NA (77,7%), mais dans de moindres proportions sur les phases F-red et F-oxi. L'apport des EUE sur le sol S-TW engendre une répartition de la teneur totale en Cr avec 83,5% sur la F-res ; 8,8% sur la F-red, et 7,7% la F-oxi (Figure 48). L'apport de boues sur le sol S-SS, génère la répartition suivante avec 85,7% sur la F-res ; 8,0% sur la F-red, 6,3% sur la F-oxi.

L'apport associé de la boue et des EUE favorise encore plus la complexation de Cr avec la F-res. En effet la proportion présence sur le F-res atteint 87%, et elle est réduite à 6,22 et 6,47% respectivement sur les phases F-red et F-oxi (tableau 49 et figure 48).

En fin, même si nous constatons des réductions en termes de proportions du Cr portées par la phase oxydable et la phase réductible, les quantités de Cr biodisponibles dans les sols traités demeurent légèrement supérieures à celles du sol S-NA et comprises en moyenne entre 6 et 9 mg.kg⁻¹ (tableau 49).

IV.3.4.5. Affinité du Cr sur le profil du sol

Le Cr dans les sols de Boumerdes est souvent absent sur les phases échangeables F-ac et F-wat, les teneurs détectées sur les échantillons sont voisines de 0,1 mg.kg⁻¹ et dans la majorité des cas quasiment inférieure à Ld. Les teneurs de Cr liées à la F-red, sur le sol témoin S-NA, sont semblables à ce qui est observé sur les autres sols.

L'apport de la boue, induit donc une plus forte proportion de Cr sur les oxyhydroxydes de Fe et Mn, équivalente à 4,89 mg.kg⁻¹ sur le sol S-SS et à 3,97 mg.kg⁻¹ sur le sol S-STW (boue + EUE) (tableau 49). En fonction de la profondeur du sol, la répartition de la teneur totale, donne un maximum sur la couche intermédiaire (p2) 5,24 mg.kg⁻¹, alors que sur les couches p1 et p3 les teneurs sont semblables (4,71 et 4,68 mg.kg⁻¹) (tableau 50).

Sur les sols S-TW, S-STW et S-WR, les teneurs en Cr liées à la F-red diminuent avec la profondeur du sol. L'irrigation avec les EUE, contribue à une meilleure complexation du Cr avec la F-red (8,9 %), contrairement à l'application des eaux de rivières et de la boue. L'apport associé de la boue et des EUE induit une diminution de la quantité de Cr fixée sur la F-red en fonction de la profondeur.

Dans le cas du sol S-WR, bien que la quantité totale de Cr portée par F-red soit équivalente au sol S-TW, sa proportion est la plus faible (3,43 %) et décroît aussi avec la profondeur au même titre que dans le sol S-STW (tableau 50).

Les quantités portées par la F-oxi sont semblables dans les sols S-SS, S-STW et S-WR (3,85 ; 4,13 ; 4,09 mg.kg⁻¹) (tableau 49). L'irrigation avec les EUE contribue à fixer une proportion de Cr inférieure à celle des sols S-SS, S-STW et S-WR, ce qui est en rapport avec la diminution du carbone organique constaté suite à l'irrigation.

En termes de proportion, l'apport de la boue et de l'EUE induit une complexation avec les matières organique comprise entre 6,5 et 7,6% de la teneur totale, supérieure à celle des eaux de la rivière mais largement inférieure comparée au sol Témoin (8,8%). Ainsi, le Cr apporté par

les effluents de la Step se complexe à la F-oxi dans une proportion faible par rapport au Cr présent naturellement sur le sol témoin. Par contre l'irrigation avec l'eau de rivière contribue à réduire l'affinité du Cr avec la F-oxi (3,8%) dans le sol S-WR.

La distribution en fonction de la profondeur des teneurs complexées à la fraction résiduelle n'est pas régulière, elles varient de 40 à 70,6mg.kg⁻¹ dans le sol S-SS. L'application des EUE sur S-TW et S-STW, induit une stabilité des quantités de Cr liées à F-res. Sur le sol S-WR, la teneur retenue sur F-res est plus importante dans la couche p2 soit 118,4 mg.kg⁻¹. En revanche sur le sol S-NA, la proportion de la F-res augmente avec la profondeur et atteint une teneur maximale de 27,4 mg.kg⁻¹. Globalement, les sols ont une teneur totale dominée par la F-res qui dispose d'une part importante de Cr comprise entre 82 et 93% (tableau 50).

Tableau 50. Distributions de la concentration du Cr en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
	(%)				
S-SS p1	0,0	0,0	9,0	7,4	83,5
S-SS p2	0,0	0,0	6,5	5,2	88,2
S-SS p3	0,0	0,0	9,6	7,3	83,1
S-TW p1	0,0	0,0	9,8	8,2	82,0
S-TW p2	0,0	0,0	8,5	7,2	84,3
S-TW p3	0,0	0,0	8,5	7,8	83,7
S-STW p1	0,2	0,0	7,1	6,8	85,8
S-STW p2	0,3	0,0	7,5	7,2	85,0
S-STW p3	0,0	0,0	4,3	5,5	90,2
S-WR p1	0,0	0,0	4,7	3,5	91,8
S-WR p2	0,0	0,0	3,2	3,6	93,2
S-WR p3	0,2	0,3	2,9	4,1	92,4
S-NA p1	0,0	0,0	13,6	10,1	76,3
S-NA p2	0,0	0,0	14,4	10,8	74,8
S-NA p3	0,0	0,0	12,6	6,8	80,5

IV.3.4.6. Affinité et biodisponibilité du Cr dans le sol

Les affinités de Cr observées sur les sols étudiés montrent que : l'épandage de la boue, l'irrigation avec les EUE ou les eaux de rivières, conduisent plus à une complexation avec la phase résiduelle qu'avec les autres phases (figure 49). Dans tous les cas étudiés le Cr susceptible d'être biodisponible sous les conditions de pH naturel des sols est évalué entre 12,9 et 16,4 % de la concentration totale dans le cas des sols S-SS, STW et S-STW représentant 7,0 à 8,7 mg.kg⁻¹ (tableau 51). En revanche, sur le sol S-NA sans apports, la teneur de Cr biodisponible est de 6,5mg.kg⁻¹ soit 22,8% de la teneur totale. Par différence, nous estimons que la quantité

de Cr biodisponible apportée par la boue et les eaux est nettement supérieure à celle du sol témoin sans apports (figure 49).

Tableau 51. Proportions Cr (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

	Som. Fractions (wat, ac, red, oxi)	F-res
S-SS	14,27	85,73
S-TW	16,43	83,57
S-STW	12,86	87,14
S-WR	7,38	92,62
S-NA	22,27	77,73

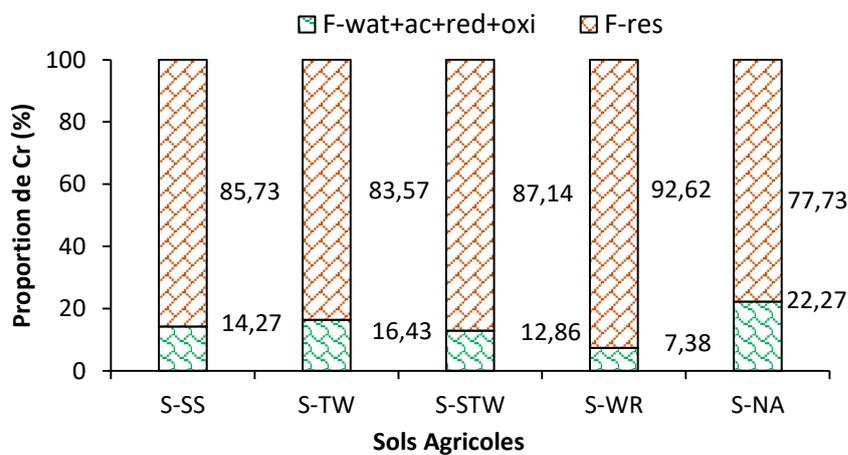


Figure 49. Proportions du chrome (%) des fractions potentiellement biodisponible et de la fraction résiduelle dans les sols.

IV.3.5. Le Zinc

IV.3.5. 1. Teneurs totales du Zn dans la boue et EUE

La Step urbaine de Boumerdes, présente à l’issue du processus d’épuration une boue avec une concentration en Zn de 372,8mg.kg⁻¹, alors qu’au sein des EUE la teneur est inférieure à la Ld (4,42µg/l). Le processus d’épuration appliqué permet un abattement de la pollution et un piégeage dans la boue de la totalité du zinc véhiculé par les eaux usées.

Comparativement aux normes (AFNor, Directive Européenne, USEPA) cette boue ne présente pas de contraintes à l’épandage en relation à la concentration en Zinc. Cependant, l’application de la boue et des EUE sur les sols agricoles (S-SS, S-TW et S-STW) a engendré des concentrations allant de 46 à 95mg.kg⁻¹, soit 15 à 30% de la norme, qui restent inférieures à la norme AFNor (300mg.kg⁻¹) pour les sols destinés à recevoir des BRU.

IV.3.5.2. Teneurs totales du Zn dans les sols

Les teneurs totales en Zn enregistrées dans les sols varient globalement entre 30,5 et 131,6mg.kg⁻¹ (tableau 52). L’apport de la boue et des EUE a induit une accumulation assez forte allant de 1,3 à 2,7 fois celle du sol témoin S-NA. La comparaison entre les sols S-SS et S-TW montre que la boue engendre une accumulation 2 fois supérieure à celle des EUE. L’application associée (boue+EUE) est accompagnée d’une contamination inférieure à l’épandage de la boue seule, mais supérieure à celle du sol irrigué avec les EUE. Ceci implique qu’il y a un effet de réduction de la concentration en Zn par les irrigations avec les EUE.

L’examen des résultats montre que, la présence de la boue a apporté d’une part, des quantités plus importantes de Zn principalement accumulées dans les 25 premiers centimètres (figure 50). D’autre part, l’irrigation du sol S-WR avec les eaux de la rivière, a entraîné une contamination en Zn équivalente à 2,9 celle du sol S-NA, semblable à celle du sol amendé S-SS (tableau 52).

Tableau 52. Teneurs en Zinc (mg.kg⁻¹) de la boue, des EUE et des sols.

	0-40cm	[Zn] sol / [Zn] S-NA
S-SS	94,51	2,7
S-TW	46,69	1,3
S-STW	60,53	1,7
S-WR	101,73	2,9
S-NA	35,13	1,0
Boue	372,80	-
EUE	< ld	-

IV.3.5.3. Distribution du Zn sur le profil du sol

Les concentrations des trois profondeurs présentent des valeurs semblables chez les sols S-TW, S-WR et S-NA (tableau 52). En revanche, les sols S-SS et S-STW qui ont reçus de la boue sont caractérisés par une plus forte variation de la teneur en fonction de la profondeur. L’amendement des sols avec la boue résiduaire de la Step de Boumerdes apporte près de 372g de Zn par tonne de boues épandues. Le sol S-SS enregistre une teneur maximale de 131,62mg.kg⁻¹ dans la couche intermédiaire et la teneur la plus faible se trouve dans la couche profonde p3, soit 60,76mg.kg⁻¹). L’apport simultanément (boue + EUE) sur le sol S-STW, a produit une situation similaire. Ceci indique que l’accumulation et le transfert du Zn dans le profil du sol sont impactés par les irrigations qui permettent une répartition régulière de la concentration en Zn sur le profil du sol.

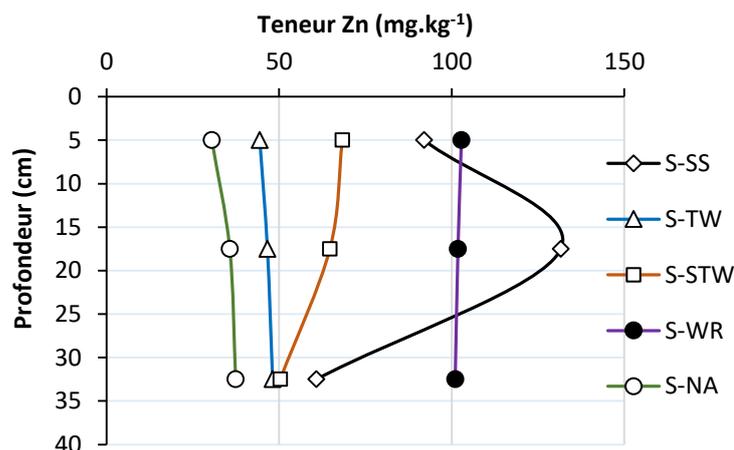


Figure 50. Teneurs totales (mg.kg^{-1}) en Zn des sols en fonction de la profondeur.

En comparaison avec le sol S-NA où la concentration en Zn augmente avec la profondeur, les apports ont élevé la concentration en Zn dans toutes les couches de sol considérées. Cependant, la boue favorise la concentration dans les parties superficielles du sol alors que les EUE induisent une accumulation inférieure et semblable sur l'ensemble du profil du sol.

IV.3.5.4. Affinité du Zn en fonction des phases porteuses

Les résultats d'extraction séquentielle, montrent que le Zn est complexé à l'ensemble des phases porteuses du sol. L'ordre définissant sa distribution est le suivant : F-res > F-red > F-oxi > F-ac > F-wat. Cet ordre est constaté sur tous les sols, cependant la nature de l'apport engendre une variation dans la proportion détenue par chacune des phases (figure 51).

L'épandage de la boue sur le sol S-SS, a engendré une teneur totale de $94,51 \text{ mg.kg}^{-1}$ avec une complexation de l'ordre de 50% sur les phases F-wat, F-ac, F-red et F-oxi. L'épandage de la boue, engendre une forte contamination, mais également une compartimentation en faveur des phases susceptible de libérer le Zn sous les conditions pédologiques naturelles. L'application simultanée de boue et d'EUE sur le sol S-STW, a engendré un processus semblable de distribution du Zn, mais cette modalité porte à 70,1% la proportion de Zn lié à la fraction résiduelle au détriment principalement des F-red et F-ac qui représentent respectivement 21,3 et 2,2 % de la teneur totale (tableau 53).

Sur le sol S-TW, irrigué avec les EUE, le Zn adopte une démarche de complexation quasi analogue à celle observée sur le sol S-STW, mais dans des proportions plus importantes. Ainsi la phase F-res voit sa proportion atteindre 75,3%, et cette translocation se fait au détriment de la F-red qui passe de 21,3 à 15,7 %. L'apport d'EUE permet au Zn de développer une affinité plus importante avec la F-res du sol c'est-à-dire une complexation plus importante avec les minéraux du sol.

Tableau 53. Proportions des fractions (%) en fonction de la profondeur de 0 à 40cm.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS	0,03	6,03	35,95	6,43	51,56
S-TW	0,17	1,54	15,75	5,93	76,61
S-STW	0,32	2,16	21,31	6,08	70,14
S-WR	0,17	0,29	11,97	4,24	83,33
S-NA	0,45	1,64	19,75	3,64	74,52

L'irrigation avec les eaux de la rivière du sol S-WR induit une concentration totale de Zn de 84,78 mg.kg⁻¹ dont 83% sont complexés à la F-res. Cette forte complexation aux minéraux du sol est accompagné de la réduction des autres fractions à des proportions plus faibles : 11,97 % avec les oxydes (F-red), 4,24% avec les matières organiques (F-oxi), 0,29% avec la phase acido-soluble (F-ac) et seulement 0,17% avec la phase hydrosoluble (F-wat) (figure 51).

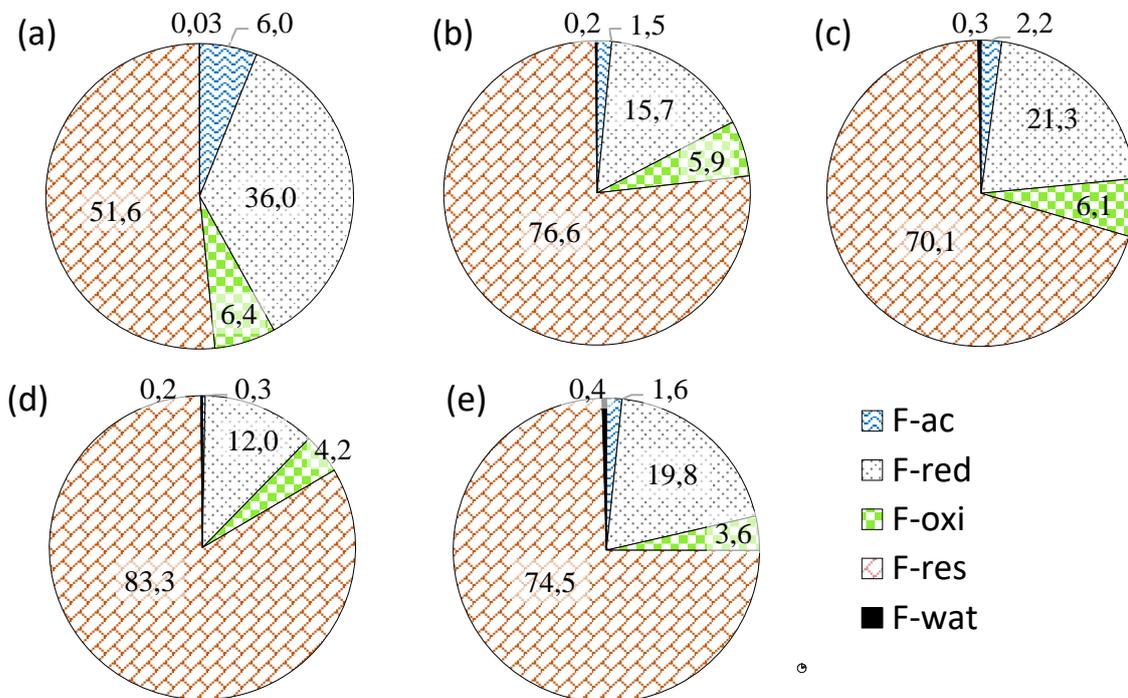


Figure 51. Proportions (%) de la teneur en Zinc par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).

L'utilisation des eaux de rivière pour les irrigations des cultures durant la période estivale constitue une source de contamination des sols en Zn. Comparativement au sol S-NA et aux autres sols, les données enregistrées indiquent une contamination supérieure à la boue et aux EUE. Les résultats enregistrés sur les sols irrigués (S-TW et S-WR) indiquent que l'apport d'eau favorise la complexation du Zn avec la phase résiduelle du sol. Cette complexation est

intéressante du point de vue environnemental, car les métaux incrustés dans les réseaux cristallins des minéraux sont faiblement biodisponibles à court et moyen termes.

IV.3.5.5. Affinité du Zn sur le profil du sol

Les résultats affichés au tableau 54, montrent que la distribution de la teneur totale de Zn est variable en fonction des phases porteuses et de la profondeur du sol. Cependant, cette distribution demeure semblable sur les trois profondeurs prospectées et respecte l'ordre suivant F-res > F-red > F-oxi > F-ac > F-wat.

Dans le sol S-SS amendé avec la boue, la réduction de la teneur totale en fonction de la profondeur du sol est accompagnée de celle portée par l'ensemble des phases porteuses. Par ailleurs, le profil est caractérisé par une forte accumulation dans la couche intermédiaire (p2), atteignant le double de celle trouvée sur la couche p3.

Une observation similaire est faite sur le sol S-STW, où la concentration des fractions : F-wat, F-ac, F-red et F-oxi, décroît avec la profondeur dans la même allure que la concentration totale. En revanche, la fraction F-res augmente sensiblement en passant de 41,6 à 43,3 mg.kg⁻¹(tableau 54).

Tableau 54. Distributions de la concentration du Zn en fonction de la profondeur et des fractions porteuses.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS p1	0,00	7,04	39,14	7,14	38,72
S-SS p2	0,00	7,84	46,16	7,65	69,97
S-SS p3	0,06	2,94	19,59	4,00	34,17
S-TW p1	0,00	0,80	9,69	3,13	<u>30,75</u>
S-TW p2	0,07	1,09	8,39	2,84	<u>34,23</u>
S-TW p3	0,13	0,34	5,12	2,51	<u>39,95</u>
S-STW p1	0,13	2,40	19,92	4,24	<u>41,65</u>
S-STW p2	0,31	1,64	16,05	4,46	<u>42,24</u>
S-STW p3	0,11	0,15	4,37	2,43	<u>43,28</u>
S-WR p1	0,10	0,34	15,24	1,50	85,57
S-WR p2	0,17	0,27	13,15	5,04	83,19
S-WR p3	0,21	0,28	9,36	5,37	85,79
S-NA p1	0,19	0,77	6,96	1,37	<u>21,20</u>
S-NA p2	0,08	0,64	8,54	1,63	24,77
S-NA p3	0,21	0,40	5,44	0,89	<u>30,43</u>

Sur le sol S-TW et le sol S-NA, où la teneur totale augmente avec la profondeur, le Zn adopte une distribution semblable caractérisée par une diminution de la teneur des phases F-ac, f-red et F-oxi en fonction de la profondeur. Quant à la fraction résiduelle, nous constatons qu'elle

croit en fonction de la profondeur passant de 30,7 mg.kg⁻¹ à 39,9 mg.kg⁻¹ dans le sol S-TW et de 21,2 mg.kg⁻¹ à 30,4 mg.kg⁻¹ dans le sol S-NA (tableau 54).

L'irrigation du sol S-WR, avec les eaux de la rivière, engendre une distribution de la concentration de Zn semblable entre les trois couches prospectées. Les teneurs portées par les différentes fractions en fonction de la profondeur du sol adoptent des allures variables. La fraction résiduelle porte une concentration assez constante entre les couches p1, p2 et p3 (83 à 86 mg.kg⁻¹). Les fractions F-ac et F-red présentent des concentrations décroissantes alors que la fraction F-oxi voit sa concentration augmentée avec la profondeur du sol.

L'évolution des fractions porteuses en fonction de la profondeur du sol montre généralement que, la concentration totale en Zn est plus importante dans la couche superficielle (0 à 25cm). Cependant, une variabilité des teneurs des différentes fractions porteuses est constatée et elle est plus accentuée essentiellement dans le cas du sol amendé au niveau des fractions réductible (F-red), acido-soluble (F-ac) et oxydable (F-oxi).

IV.3.5.6. Affinité et biodisponibilité du Zn dans le sol.

L'extraction séquentielle du Zn contenu dans les sols étudiés permet d'exprimer la distribution de la teneur totale sur l'ensemble des phases porteuses. Le risque environnemental est d'autant plus important que le Zn est porté de façon dominante sur les fractions hydrosoluble, acido-soluble, réductible et oxydable : des fractions susceptibles de libérer le Zn sous les conditions naturelles du sol.

Le tableau 55 et la figure 52, montrent l'importance de la concentration du Zn potentiellement biodisponible au sein de chacun des sols. L'amendement avec la boue du sol S-SS, a engendré une teneur totale de 94,51 mg.kg⁻¹ dont 48,73 mg.kg⁻¹ sont potentiellement biodisponibilité. L'irrigation du sol S-TW avec les EUE produit une contamination inférieure à la boue et une fraction biodisponible de 23,39 % de la teneur totale, équivalente à 10,92 mg.kg⁻¹.

Sur le sol S-STW, modalité associant la boue et les EUE, l'accumulation du Zn est le résultat de l'effet des eaux d'irrigation qui produisent une concentration réduite et une forte complexation du Zn à la fraction résiduelle. L'exploitation de la boue et des EUE sur une même parcelle agricole joue un rôle environnemental intéressant en limitant la concentration totale à 60,53 mg.kg⁻¹ et la fraction potentiellement biodisponible à 18,08 mg.kg⁻¹ soit (soit 29,86%).

Tableau 55. Proportions Zn (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

	Som. Fractions (wat, ac, red, oxi) (%)	F-res
S-SS	48,44	51,56
S-TW	23,39	76,61
S-STW	29,86	70,14
S-WR	16,67	83,33
S-NA	25,48	74,52

La comparaison, au sol S-NA sans apports, indique que l’apport de la boue est le vecteur de contamination du sol avec un risque environnemental accru, relativement plus important que celui des EUE (figure 57). Cependant, l’application des eaux de rivière engendre la plus forte contamination, mais avec une distribution en faveur de la fraction résiduelle. La concentration totale de 101,73 mg.kg⁻¹ est répartie à 83,3 % sur la F-res, impliquant une plus faible proportion potentiellement biodisponible de 16,67 % équivalente à 16,95 mg.kg⁻¹ (tableau 55, figure 52).

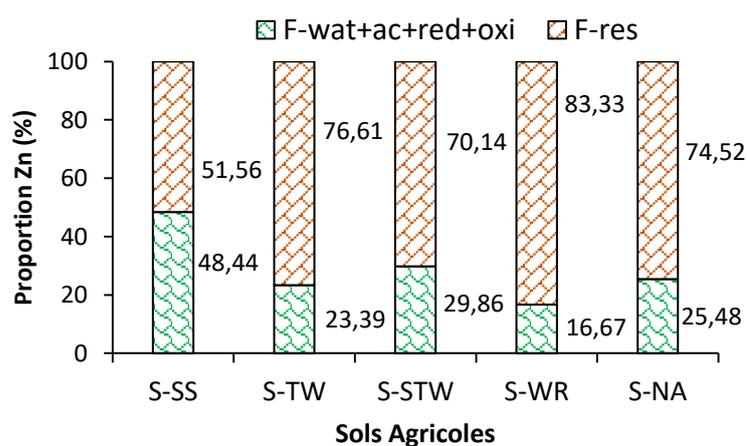


Figure 52. Proportions de Zn (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

IV.3.6. Le Cobalt

IV.3.6.1. Teneurs totales du Co dans la boue et les EUE

L’analyse de l’EUE révèle une quantité de Co inférieure à la Ld (3,57 µg.L⁻¹), alors que la boue renferme une concentration de 18,62 mg.kg⁻¹. Les normes AFNor 44-041 et la directive européenne ne prennent pas en compte la concentration en Cobalt dans les boues de Step destinées à l’épandage. Par contre, nous disposons d’une concentration limite de 30 mg.kg⁻¹ introduite par Godin, (1983).

L'application des EUE a induit une concentration de 9,61 mg.kg⁻¹ sur le sol S-TW. Ceci montre que le processus d'accumulation du Co peut être significativement important malgré la faible teneur des eaux d'irrigation. De faibles quantités de cobalt, de l'ordre de 0,4 à 2,0 ng.L⁻¹, sont aussi présents naturellement dans les eaux de surfaces (ATSDR, 2004). D'autres sources de Co, telles que les retombées atmosphériques suite à des feux de forêts, l'érosion éolienne, les éruptions volcaniques et les embruns marins peuvent atteindre les sols agricoles.

IV.3.6.2. Teneurs totales du Co des sols

Les teneurs totales en Co enregistrées sur les sols agricoles étudiés sont comprises entre 5,05 et 58,3 mg.kg⁻¹. La teneur enregistrée sur le sol S-NA est de 6,57mg.kg⁻¹, tenant compte du caractère spécifique de cette parcelle, où aucun apport de boues ni d'EUE n'a été appliqué, nous estimons que cette quantité de liée au fond géochimique naturel, aux apports atmosphériques, aux fertilisants et aux produits phytosanitaires. L'application de la boue, des EUE et des eaux de rivière, a induit une concentration supérieure à celle constatée sur le sol S-NA (figure 54).

Les niveaux teneurs enregistrées dans les sols traités dépendent de la nature du traitement et la croissance par rapport au sol témoin (S-NA), varie de 1,5 à 4 fois pour la boue et les EUE, et atteint 7 fois suite à l'irrigation du sol S-WR avec les eaux de rivière (tableau 56).

Le sol S-SS, amendé avec la boue, présente une accumulation du Co plus importante, atteignant la concentration de 14,07 mg.kg⁻¹. La comparaison de la concentration du sol S-STW avec les sols S-SS et S-TW montre que la modalité d'application simultanée (boue + EUE) entraîne une accumulation plus importante du Co, d'où un effet additionnel des charges polluantes des EUE et de la boue.

Tableau 56. Teneurs du Cobalt (mg.kg⁻¹), des boues, des EUE et des sols.

	0-40cm	[Co] sol / [Co] S-NA
S-SS	14,1	2,1
S-TW	9,61	1,5
S-STW	24,2	3,7
S-WR	44,8	6,8
S-NA	6,6	1,0
Boue	18,62	-
EUE	< Ld	-

IV.3.6.3. Distribution du Co sur le profil du sol

Les concentrations du Co en fonction de la profondeur du sol ne présentent pas la même allure sur le profil des sols étudiés. Au niveau du sol S-NA, la teneur en Co croit en fonction de la profondeur, passant de 5,05 mg.kg⁻¹ de la couche superficielle p1 à 7,35 mg.kg⁻¹ dans la couche

p3 (figure 53). L'application de la boue induit une teneur totale de 16,48 mg.kg⁻¹ au sein de p1 et diminue à 10,18 mg.kg⁻¹ dans la couche p3 (tableau 57). L'irrigation avec les EUE engendrent une teneur de 13,9 mg.kg⁻¹ dans la couche de p1 et qui décroît à près 8,05 mg.kg⁻¹ dans les couches inférieures p2 et p3. En revanche, la boue et les EUE appliqués simultanément sur le sol S-STW ont engendré une teneur supérieure et semblable entre les 3 couches et qui est en moyenne de 24,18 mg.kg⁻¹.

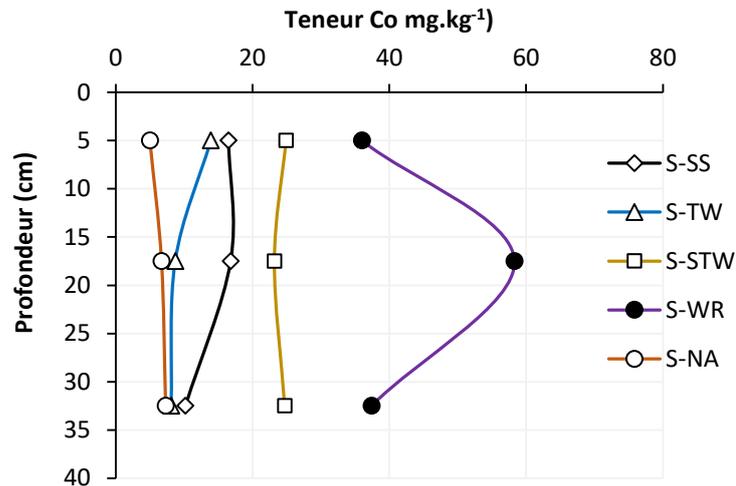


Figure 53. Teneurs en Cobalt (mg/kg) des sols en fonction de la profondeur.

L'accumulation du Co dans le cas du sol amendé, où les teneurs introduites sont importantes, se fait dans les couches superficielles sur une épaisseur conséquente (0-25cm) au détriment de la couche sous-jacente. Si l'apport de Co est faible comme dans le cas des EUE, l'accumulation se limite aux 10 premiers centimètres du profil et la lixiviation du Co vers les couches profondes est faible. Cependant, l'association des boues et des EUE introduit dans le sol des quantités de Co plus importantes et la présence d'un vecteur (l'eau), contribue à une distribution plus au moins régulière de la teneur et une accumulation plus forte dans le profil (Tableau 57). Un processus similaire d'enrichissement en Co du sol est constaté au sein, du sol S-WR, cette accumulation importante (de près de 7 fois celle du sol témoin) témoigne de la forte charge polluante des eaux de rivière en Co, essentiellement utilisées durant la période estivale. Les sols étudiés présentent, un processus d'accumulation et de mobilité du Co variable en fonction de la nature des amendements.

L'examen du tableau 57, du point de vue des concentrations de Co portées par les phases en fonction de la profondeur, montre que le comportement des fractions principales (F-red, F-oxi et F-res) est variable en fonction du type d'apport. Dans le cas du sol S-STW traité simultanément avec la boue et les EUE, les concentrations des 3 fractions sont assez proches dans les couches p1, p2 et p3. Chez le sol S-SS amendé à la boue, la fraction F-oxi décroît avec

la profondeur, la F-red semble stable, alors que la F-res est maximale dans la couche intermédiaire (p2). L'irrigation avec les EUE du sol S-TW a engendré une faible variation de la concentration des fractions F-oxi et F-res en fonction de la profondeur, alors que la F-red décroît fortement elle passe de 8,72 mg.kg⁻¹ dans p1 à près de 2 mg/kg dans p2 et p3.

Tableau 57. Distributions de la concentration du Co en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS p1	0,0	0,4	34,4	32,7	32,5
S-SS p2	0,0	0,7	31,0	3,6	64,7
S-SS p3	0,0	2,6	49,8	3,3	44,3
S-TW p1	0,3	0,0	63,0	3,0	34,0
S-TW p2	0,0	0,0	33,0	2,9	64,1
S-TW p3	0,5	2,9	29,6	3,6	64,0
S-STW p1	0,0	1,0	16,5	10,1	72,4
S-STW p2	0,6	0,4	18,1	11,7	69,8
S-STW p3	0,0	0,0	12,3	9,3	78,4
S-WR p1	0,2	0,5	13,2	8,2	78,1
S-WR p2	0,0	0,0	36,1	10,6	53,3
S-WR p3	0,7	0,5	8,6	8,4	82,6
S-NA p1	0,0	0,0	26,2	9,4	64,3
S-NA p2	0,0	0,0	24,6	7,0	68,4
S-NA p3	0,0	0,0	20,1	9,9	70,1

IV.3.6.4. Affinité du Co aux phases porteuses du sol

Les résultats de l'extraction séquentielle montrent que le cobalt est présent sur toutes les phases porteuses du sol. La proportion des différentes fractions est variable, mais l'ordre d'affinité sur les trois couches prospectées est le suivant : F-res > F-red > F-oxi > F-ac ≈ F-wat (tableau 58, figure 54). Bien que cet ordre soit respecté sur tous les sols, le Co présente une préférence aux phases résiduelle et réductible plus que la phase oxydable. Le Co dans les sols est majoritairement adsorbé sur les argiles, en liaison avec les oxydes de Fe et de Mn, ou bien complexé par les matières organiques. Colle et *al.* (1996) relève aussi que seule une faible quantité soit 5 à 10 % du cobalt total d'un sol sont hydrosolubles ou facilement extractibles. Dans notre cas, les phases porteuses F-ac et F-wat disposent de très faibles teneurs, inférieures à la Ld dans certaines couches prospectées. En termes de proportion, les teneurs déterminées représentent au maximum 0,73 % dans le cas de F-ac et 0,26 % dans le cas de F-wat de la teneur totale, équivalentes à 0,5 mg.kg⁻¹ (tableau 58 ; figure 54).

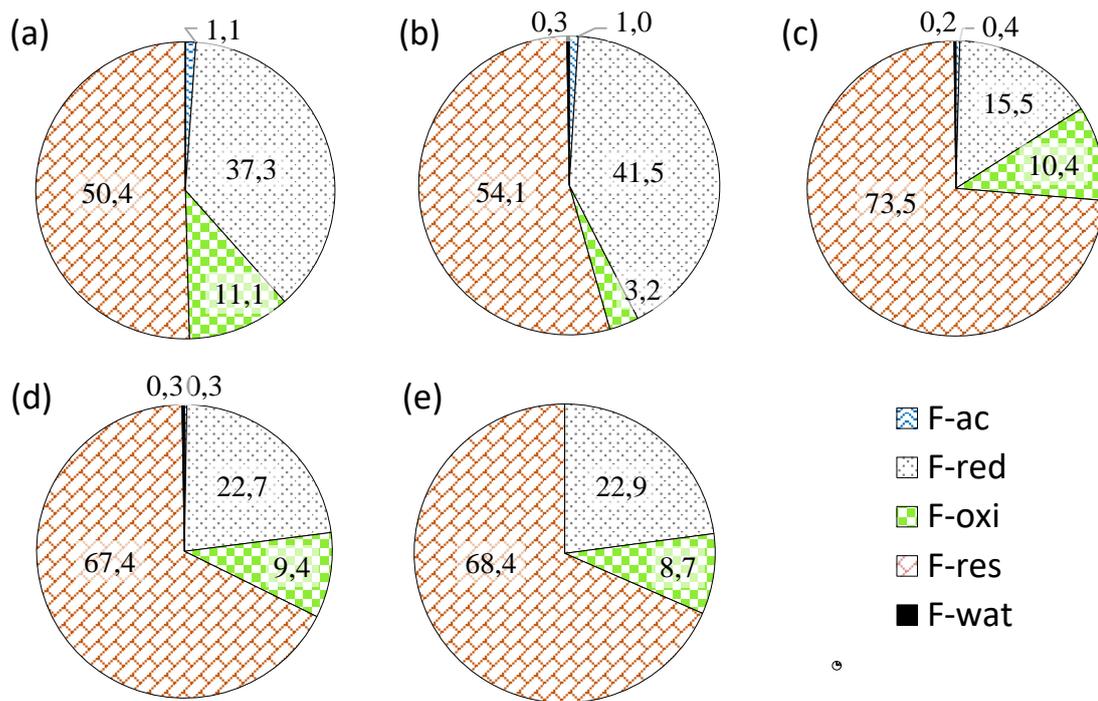


Figure 54. Proportion (%) de la teneur en Cobalt par fraction porteuse dans les sols : S-SS (a), S-TW (b), S-STW (c), S-WR (d), S-NA (e).

Tableau 58. Proportions des fractions (%) en fonction dans la profondeur de 0 à 40cm.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS	0,00	1,13	37,34	11,11	51,56
S-TW	0,26	0,97	41,50	3,17	76,61
S-STW	0,21	0,43	15,51	10,38	70,14
S-WR	0,27	0,26	22,70	9,38	83,33
S-NA	0,00	0,00	22,88	8,69	74,52

IV.3.6.5. Affinité et biodisponibilité du Co dans le sol

La teneur totale en Co dans les sols étudiés présente une répartition variable sur les phases porteuse. Comparativement au sol S-NA, le tableau 58 montre que les apports étudiés affectent principalement la proportion des fractions, mais l'ordre d'affinité demeure stable. Ainsi, en fonction de la nature de l'apport, il se produit une variation dans la proportion de Co lié à la F-res au profit des autres phases (F-red et F-oxi).

L'apport de la boue, conduit à une complexation plus importante avec la F-red (37,34 %) (Hydroxydes de Fe, d'Al et Mn) et la F-oxi (11,11 %) (Matières organiques) au détriment de F-res (50,43 %). Par conséquent, près de la moitié de la concentration totale contenue dans le

sol, environ 7,0 mg.kg⁻¹ (tableau 59), est susceptible d'être biodisponible dans le sol sous les conditions naturelles de pH et d'oxydo-réduction.

L'irrigation des sols avec les EUE, engendre une complexation du Co plus forte avec les fractions F-res (54,09%), F-red (41,05%) et une faible quantité sur la F-oxi (3,17%) (Tableau 58, figure 55). La fraction de Co liée aux phases potentiellement biodisponible est plus faible que celle du sol S-SS (4,4mg.kg⁻¹).

Tableau 59. Proportion Co (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

	Som. Fractions (wat, ac, red, oxi)	F-res
S-SS	49,57	50,43
S-TW	45,91	54,09
S-STW	26,52	73,48
S-WR	32,61	67,39
S-NA	31,57	68,43

Globalement, l'apport séparé de la boue et des EUE, place une proportion équivalente 50 % de de la concentration totale sur des phases porteuses F-red, F-oxi et F-ac ; les processus d'échanges dans le sol sont susceptibles d'extraire cette quantité de Co (4 à 7 mg.kg⁻¹) et de le rendre biodisponible aux êtres vivants à travers la solution du sol (figure 55).

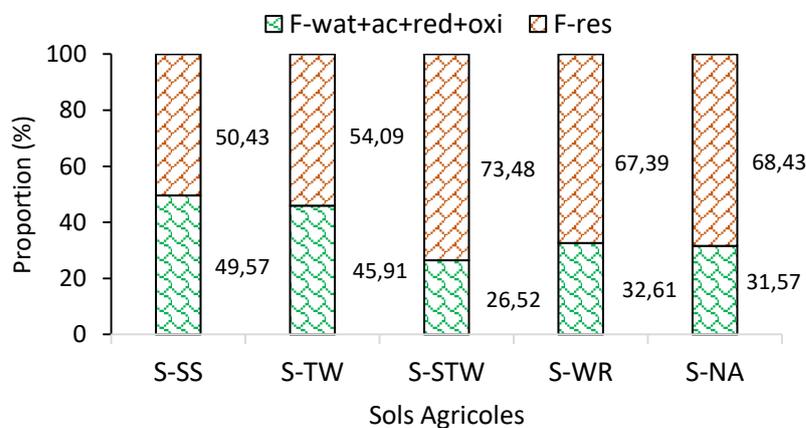


Figure 55. Proportions (%) de Co des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

L'apport associé de la boue et des EUE produit une distribution différente par rapport à la modalité séparée des apports. En effet, le Co est distribuée à 73,48% sur la F-res, 15 % sur la F-red et 10,3 % sur la F-oxi. Cette modalité induit une forte accumulation du Co (17,77 mg.kg⁻¹), accompagnée d'une forte complexation avec la fraction minérale du sol et d'une teneur potentiellement biodisponible de 6,41 mg.kg⁻¹ similaire au sol S-SS (tableau 59). La présence

de la boue sur le sol S-STW a toute fois gardé une proportion de 10 % de Co liée aux matières organiques, de la même façon que le sol S-SS.

La distribution de Co sur les phases porteuses dans le cas des sols irrigués avec les eaux de rivières est semblable à celle enregistrée sur le sol S-STW. Ceci indique que plus la teneur totale de Co dans le sol est importante plus la proportion de Co portée par la F-res est grande. Les sites de liaisons du cobalt au sein des sédiments sont représentés par les carbonates, les hydroxydes et les oxydes de minéraux et cette adsorption augmente avec le pH du milieu (ATSDR, 2004). La teneur en Co potentiellement biodisponible sur le sol S-WR, est de 14,6 mg.kg⁻¹ représentant 7 fois celle du sol S-NA, ceci montre que les eaux de rivière constituent aussi une source de contamination possible des sols agricoles.

IV.3.7. Le Cadmium

IV.3.7.1. Teneurs totales du Cd dans la boue et EUE

Le dosage du Cd montre que, la boue de la Step de Boumerdes renferme 0,69 mg.kg⁻¹ de MS. En référence à la norme AFNor (20 mg.kg⁻¹), la boue épandue sur les sols agricoles ne présente pas de contrainte environnementale à son épandage, au même titre que les EUE dont la teneur enregistrée est inférieure à la Ld (6,6 µg.L⁻¹). Le processus d'épuration des eaux usées issues de la ville de Boumerdes a permis de piéger la totalité du Cadmium dans la boue.

III.3.7.2. Teneurs totales du Cd dans les sols

Les sols agricoles étudiés enregistrent des concentrations inférieures à 0,3 mg.kg⁻¹ sur la profondeur prospectée de 40cm, donc inférieur à la norme AFNOR 44-041 (2 mg.kg⁻¹) (tableau 60). Les données montrent aussi qu'en e générale, le Cd n'est pas détecté au-delà de 25 cm de profondeur. Sa présence dans le sol témoin (S-NA), est probablement le résultat de l'altération de la roche mère (fond géochimique), des retombées atmosphériques et de l'activité agricole notamment la fertilisation phosphatée. D'autres sources existent et sont liées à l'activité économique comme les industries métallurgiques, l'utilisation des combustibles fossiles, l'incinération d'ordures ménagères, l'application de produits phytosanitaires, et l'abrasion d'objets contenant du cadmium tels que les batteries.

Les apports de la boue résiduaire et les irrigations avec les EUE ne sont pas accompagnés d'une augmentation avérée de la teneur en Cd des sols S-SS, S-STW et S-TW (figure 56). Comparativement au sol S-NA, seul le sol S-TW irrigué aux EUE enregistre une concentration en Cd sensiblement supérieure au sein de la couche p2 avec 0,32 mg.kg⁻¹. Quant à l'apport de la boue sur le sol S-SS, l'augmentation très faible de la teneur en Cd est de près de 0,03 mg.kg⁻¹

¹. De même qu’au niveau du sol S-STW, l’application de la boue et des EUE enregistre une concentration en Cd semblable au sol S-NA. Au sein du sol S-WR, le Cd n’est pas détecté sur la profondeur prospectée, il semble que les eaux de rivière ne constituent pas une source de contamination particulière en Cd des sols agricoles.

Tableau 60. Teneurs en Cd (mg.kg⁻¹) des sols et leur relation à celle du sol Témoin.

	0-40cm	[Cd] sol / [Cd] S-NA
S-SS	0,13	1,0
S-TW	0,24	1,8
S-STW	0,09	0,7
S-WR	< ld	< ld
S-NA	0,13	1,0
Boue	0,69	-
EUE (µg.L ⁻¹)	< LD	-

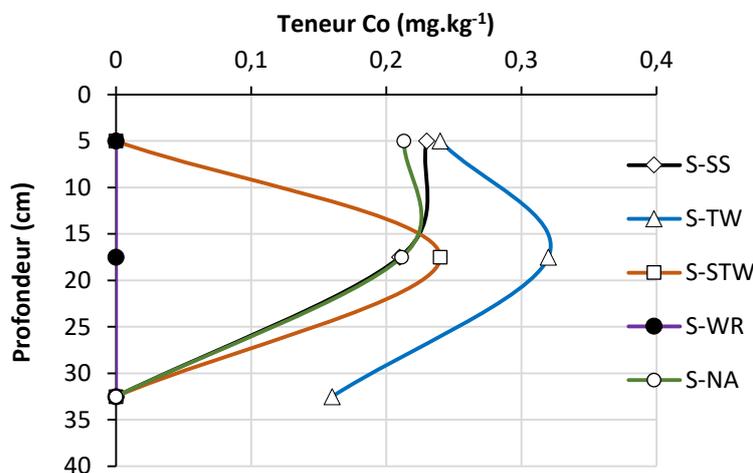


Figure 56. Teneurs totale (mg.kg⁻¹) en Cadmium des sols en fonction de la profondeur.

IV.3.7.3. Affinité et biodisponibilité du Cd dans le sol

L’extraction séquentielle montre que le Cd est porté essentiellement par deux phases : la F-red (réductible) et la F-oxi (oxydable). Cependant, la proportion portée par ces phases est fonction de la nature de l’apport. L’épandage de la boue seule ou associée à l’EUE permet une complexation de Cd sur les sols S-SS et S-STW avec respectivement une proportion de 32,7 à 29,17 % sur la fraction oxydable. En revanche la distribution, enregistrée sur le sol S-TW irrigué à l’EUE seule, réduit la proportion de la fraction oxydable à 12,42 % et attribue 87,58 % de la teneur totale à la fraction réductible (tableau 64). Sur le sol S-NA, témoin sans apport, le Cd est complexé exclusivement à la fraction F-red (tableau 61 et 62).

En fin, l’absence de Cd sur la F-res implique que la teneur totale est sous des formes chimiques labiles ou potentiellement labiles, ce qui rendrait le Cd susceptible d’être échangé et introduit

dans les plantes ou être aussi transféré vers les nappes phréatiques et se retrouvé probablement dans la chaîne trophique.

Tableau 61. Proportions (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS	< ld	< ld	67,30	32,70	< ld
S-TW	< ld	< ld	87,58	12,42	< ld
S-STW	< ld	< ld	70,83	29,17	< ld
S-WR	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-NA	< ld	< ld	100,00	< ld	< ld

Tableau 62. Distributions de la concentration du Cd en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
	(mg.kg ⁻¹)				
S-SS p1	< ld	< ld	0,14	0,09	< ld
S-SS p2	< ld	< ld	0,15	0,06	< ld
S-SS p3	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-TW p1	< ld	< ld	0,24	< ld	< ld
S-TW p2	< ld	< ld	0,24	0,08	< ld
S-TW p3	< ld	< ld	0,16	< ld	< ld
S-STW p1	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-STW p2	< ld	< ld	0,17	0,07	< ld
S-STW p3	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-WR p1	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-WR p2	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-WR p3	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-NA p1	< ld	< ld	0,21	< ld	< ld
S-NA p2	< ld	< ld	0,21	< ld	< ld
S-NA p3	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld

IV.3.8. L'Argent

IV.3.8.1. Teneurs totales de l'Ag dans les sols, la boue et EUE

La Step de Boumerdes traitant les eaux usées domestiques produit une boue dont la concentration en Ag est de 1,11 mg.kg⁻¹ de MS et des EUE d'une teneur inférieure à la ld (7,63 µg.L⁻¹). L'insertion de l'Ag dans la boue est le résultat de sa complexation avec les chlorures, les sulfates et les matières organiques et qui aboutit à des composés peu soluble. Les applications de la boue et des eaux de rivières ont engendré des accumulations sur les trois profondeurs allant jusqu'à 2,3 mg.kg⁻¹. Au niveau du sol S-NA sans apports, la concentration est supérieure aux autres sols. L'absence de l'Ag dans la couche p1 dans le profil du sol S-NA,

et sa détection dans les couches p2 et p3, indiquent que cet élément présente des possibilités de transfert vers les couches profondes du sol importantes (tableau 63).

Tableau 63. Teneurs totales de l'Ag (mg.kg⁻¹) dans la boue, les EUE et les sols.

	0-40cm	[Ag] sol / [Ag] S-NA
S-SS	1,14	0,8
S-TW	< ld	< ld
S-STW	0,25	0,2
S-WR	0,65	0,5
S-NA	1,41	1,0
Boue	1,11	-
EUE (µg.L ⁻¹)	< LD	-

L'épandage de la boue sur le sol S-SS, a engendré une forte concentration dans les couches superficielles p1 et p2, alors qu'au niveau de p3 sa concentration est plus faible et équivalente à 0,41mg.kg⁻¹ (figure 57). Quant à l'application des EUE sur le sol S-TW, l'Ag n'a pas été détecté par la méthode de dosage utilisé. Les EUE ne semblent pas constituer un vecteur potentiel de contamination des sols agricoles en Ag. L'application simultanée de la boue et des EUE sur le sol S-STW, réduit la teneur totale de Ag de près de 80% par rapport à la teneur du sol S-SS. Ainsi la présence des EUE a eu un effet de réduction de la teneur par la lixiviation de l'Ag hors du profil du sol. Les apports des eaux de rivière induisent dans le sol des teneurs en Ag plus importantes principalement retenues au sein de la couche (0 à 25cm). De façon générale, les apports considérés dans notre étude, constituent certes une source d'Ag pour les sols, mais ils ne semblent pas être l'unique voie de contamination des sols. La conduite culturale de la vigne pourrait être une source de contamination des sols à travers les fertilisants et les produits phytosanitaires tels que les nitrates d'Argent (AgNO₃).

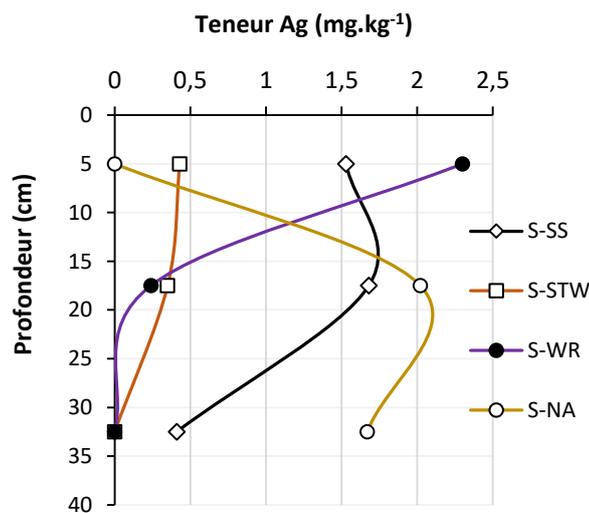


Figure 57. Teneurs totales (mg.kg⁻¹) en Ag des sols en fonction de la profondeur.

IV.3.8.2. Affinité de l'Ag aux phases porteuses du sol

L'extraction séquentielle montre que l'affinité de l'Ag vis-à-vis des phases est fonction de la nature de l'apport introduit dans le sol. Sur les sols, l'Ag est porté seulement par 3 phases : la F-red, F-oxi et F-res. En présence de la boue, sur le sol S-SS, l'Ag est à 97,2 % complexé avec la F-red (oxyde et hydroxyde de Fe, d'Al et Mn) et à 2,8 % avec F-oxi (les matières organiques). Sur le sol S-STW, l'application de la boue et de l'EUE a induit une complexation complète de l'Ag avec la F-red. Globalement, l'application de la boue seule ou associée aux EUE, induit une forte complexation avec la F-red, ceci présente des risques de toxicité vis-à-vis des cultures sous forme d'AgNO₃ même à des concentrations très faibles, sous les conditions naturelles des sols à court et moyen termes (tableau 65, figure 58).

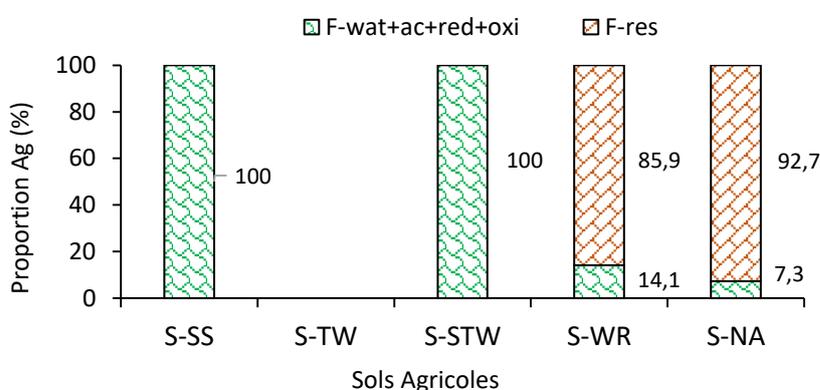


Figure 58. Proportions d'Ag (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la F-res.

En revanche, l'irrigation du sol avec l'eau de rivière procure à l'Ag une complexation à 85,9 % avec la F-res, 8,7 % avec la F-red et 5,4 % avec la F-oxi (tableau 64). De la même façon, sur le sol témoin S-NA, l'Ag est porté à près de 92,7 % par la F-res et le reste est lié avec la F-red (figure 58). Cependant, Sur le sol S-WR, il se produit un changement dans l'affinité en fonction de la profondeur ; dans la couche p1, l'Ag est entièrement porté par la F-res, alors que dans la couche p2 il se trouve réparti sur la F-red à 62,5 % et la F-oxi à 37,5 % (Tableau 65).

Tableau 64. Teneurs en Ag (mg.kg⁻¹) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res	Som
	(mg.kg ⁻¹)					
S-SS	< ld	< ld	1,11	0,03	< ld	1,14
S-TW	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-STW	< ld	< ld	0,25	< ld	< ld	0,25
S-WR	< ld	< ld	0,06	0,04	0,56	0,65
S-NA	< ld	< ld	0,10	< ld	1,31	1,41

Tableau 65. Distributions de la concentration du l'Ag en fonction de la profondeur du sol et des fractions porteuses.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
	(%)				
S-SS p1	< ld	< ld	90,2	9,8	< ld
S-SS p2	< ld	< ld	100	< ld	< ld
S-SS p3	< ld	< ld	100	< ld	< ld
S-TW p1	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-TW p2	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-TW p3	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-STW p1	< ld	< ld	100	< ld	< ld
S-STW p2	< ld	< ld	100	< ld	< ld
S-STW p3	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-WR p1	< ld	< ld	< ld	< ld	100
S-WR p2	< ld	< ld	62,5	37,5	< ld
S-WR p3	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-NA p1	< ld	< ld	< ld	< ld	< ld
S-NA p2	< ld	< ld	< ld	< ld	100
S-NA p3	< ld	< ld	15,5	< ld	84,5

L'Argent a dans le sol un comportement variable en fonction de la nature de l'apport, que ce soit en termes de distribution en fonction de la profondeur du profil ou de son affinité avec les phases porteuses. L'Ag peut être aussi bien porté par les oxydes-hydroxydes que par les matières organiques ou être associé au réseau cristallin des minéraux primaires et secondaires. Le risque environnemental lié à l'Ag dans les sols agricoles est présent, mais variable en fonction de la nature de l'apport.

IV.3.9. Le Titane

IV.3.9.1. Teneurs en Ti dans la boue, EUE et les sols

La boue contient une concentration totale de 1092,4 mg.kg⁻¹, (1,09 g.kg⁻¹) tandis que l'analyse de l'EUE relève une teneur en Ti inférieure à la Ld (soit moins 0,5 µg.L⁻¹). Les normes actuellement établies pour les métaux dans les effluents des Step, ne prennent pas en compte la teneur en Ti. Cependant, l'inquiétude concernant la concentration du Ti se trouve dans le fait que les sols étudiés cumulent 3 à 6 fois la concentration du sol témoin S-NA (tableau 66).

L'amendement des sols avec la boue et l'irrigation avec les EUE, ont entraîné une contamination importante des sols en Ti. Comparativement à la parcelle S-NA, l'application de la boue sur le sol S-SS constitue la voie la plus importante de contamination, mais les EUE contribuent dans une moindre mesure à cette contamination (tableau 66, figure 59).

Les apports d'eau de rivière sur le sol S-WR, se présentent par contre comme le vecteur le moins contaminant en Ti des sols agricoles. L'augmentation de la teneur en Ti dans le cas des

sols S-TW, S-STW et S-WR est beaucoup moins importante, ceci implique que l'irrigation est un paramètre réduisant l'accumulation et que le Ti gagne en mobilité hors des couches superficielles du sol.

Tableau 66. Teneurs totales du Ti (mg.kg⁻¹) de la boue, des EUE et des sols.

	0-40cm	[Ti] sol / [Ti] S-NA
S-SS	2173,0	5,7
S-TW	1328,9	3,5
S-STW	1186,9	3,1
S-WR	831,3	2,2
S-NA	382,3	1,0
Boue	1092,4	-
EUE	< LD	-

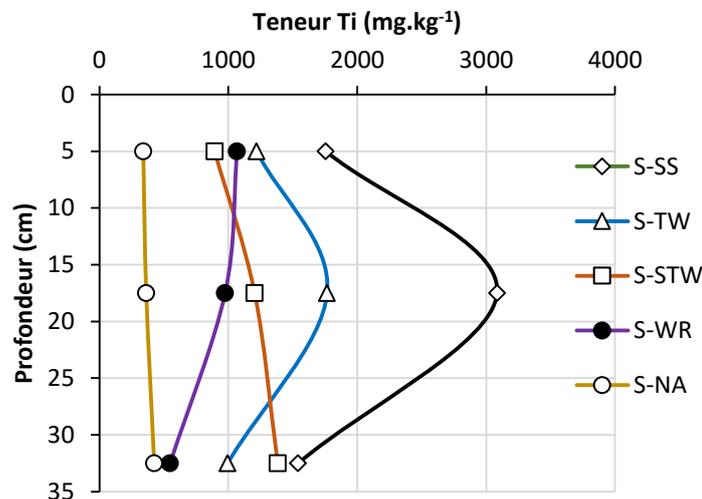


Figure 59. Teneurs en Titane (mg.kg⁻¹) des sols en fonction de la profondeur

IV.3.9.2. Distribution du Ti sur le profil du sol

La concentration totale du Ti enregistrée sur les sols, présente une répartition variable en fonction de la profondeur. Dans le cas du sol témoin S-NA, la concentration demeure peu variable mais augmente en fonction de la profondeur (figure 59). L'application de la boue sur le sol S-SS et l'irrigation avec les EUE du sol S-TW engendre une allure de la concentration, caractérisée par une teneur maximale sur la couche intermédiaire (p2) et une teneur minimale sur la couche profonde (p3). La modalité utilisée sur le sol S-STW associant la boue et les EUE a induit un niveau de contamination semblable au sol S-TW qui accroît avec la profondeur. La présence de l'EUE contribue au transfert en profondeur du Titane dans le sol. En revanche, l'accumulation du Ti dans le sol, S-WR se présente avec une allure contradictoire, la teneur diminue avec la profondeur, d'où une accumulation plus importante en surface. Nos

observations ne montrent pas une régularité de la distribution de la teneur totale sur le profil du sol suite à la présence ou de l'absence d'irrigation ou de l'association de la boue avec les EUE.

IV.3.9.3. Affinité du Ti aux phases porteuses du sol

Les résultats obtenus des analyses des échantillons de sols, montrent que le Ti est porté par l'ensemble des phases porteuses (figure 60). Cependant, le Ti est dans son extrême majorité lié à la fraction résiduelle où les proportions détectées sont voisine de 99% de la teneur totale (tableau 67). Quant aux autres phases porteuses, seules la F-red et F-oxi réalisent des complexation avec des proportions inférieures à 1,5% (environ 5mg.kg⁻¹) de la teneur totale sur l'ensemble du profil (Annexe 11). L'affinité du Ti aux phases porteuses du sol s'accorde à l'ordre suivant : F-res > F-red > F-oxi > F-ac ≈ F-wat. Le Ti est majoritairement intégré dans le réseau cristallin des minéraux (tableau 67). L'épandage de la boue, des EUE et des eaux de rivière, engendrent une élévation des teneurs dans les sols agricoles, cependant la proportion biodisponible demeure relativement faible.

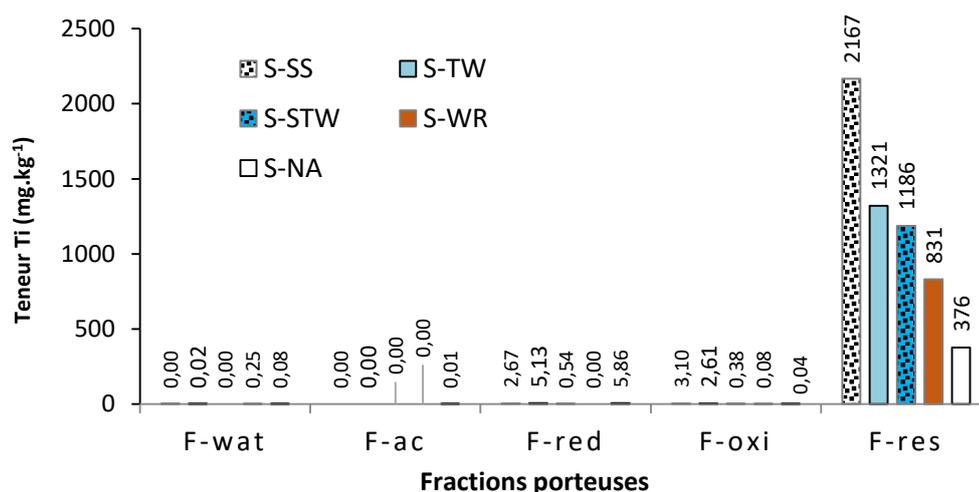


Figure 60. Teneurs en Titane (mg.kg⁻¹) des fractions porteuses dans les sols.

Tableau 67. Proportions Ti (%) en fonction des fractions dans la profondeur de 0 à 40cm.

	F-wat	F-ac	F-red	F-oxi	F-res
S-SS	0,00	0,00	0,12	0,14	99,73
S-TW	0,00	0,00	0,39	0,20	99,42
S-STW	0,00	0,00	0,05	0,03	99,92
S-WR	0,03	0,00	0,00	0,01	99,96
S-NA	0,02	0,00	1,53	0,01	98,43

IV.3.9.4. Affinité et biodisponibilité du Ti dans le sol

Les données acquises à partir de l'extraction séquentielle, montrent que le Ti est porté à hauteur de 99% par la fraction résiduelle (tableau 68 figure 61). La complexation du Ti dans les sols étudiés avec les autres fractions est semblable, elle est globalement inférieure à 2% et représente une quantité variant entre 0,3 et 8mg.kg⁻¹. La somme des concentrations de Ti portées par la F-red, la F-ac, la F-oxi et F-wat représentant la part potentiellement biodisponible est plus importante dans le cas du sol irrigué avec les EUE (7,7 mg.kg⁻¹) et très faible suite à l'irrigation avec les eaux de rivière (0,3mg.kg⁻¹).

L'application de la boue seule ou associée aux EUE sur les sols S-SS et S-STW, induit une concentration biodisponible en Titane sensiblement inférieure à celle des EUE, des eaux de rivière et du sol témoin S-NA. Il est à noter que malgré, les apports de la boue, des EUE et des eaux de rivière engendrent sur les sols agricoles une accumulation de Ti importante, les concentrations biodisponibles semblent de même ordre et souvent inférieures à celles observées sur le sol témoin S-NA (tableau 69 figure 61).

Tableau 68. Proportions Ti (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

	Som. Fractions (wat, ac, red, oxi)	F-res
S-SS	0,27	99,73
S-TW	0,58	99,42
S-STW	0,08	99,92
S-WR	0,04	99,96
S-NA	1,57	98,43

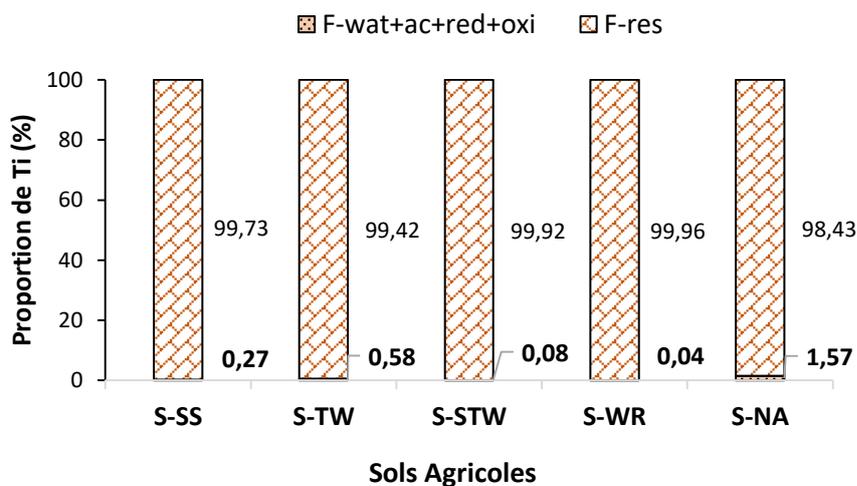


Figure 61. Proportion en Titane (%) des fractions potentiellement biodisponibles et de la fraction résiduelle dans les sols.

IV.4. Concentration et impact environnemental des Métaux

IV.4.1. Comparaison à la Norme AFNor 44-041

Les concentrations des métaux présentées au tableau 70 pour la boue, les EUE et les sols étudiées sont comparées à la norme AFNor (NFU 44-041) relative à la qualité de la boue et des sols. Les EUE ont des teneurs inférieures à la limite de détection (Ld), à l'exception du Cu dont la teneur est de 13,6 µg.L⁻¹. La boue produite par la Step de Boumerdes contient une concentration en Cr correspond à 50% de la norme et une teneur en Ni de 202 mg.kg⁻¹, supérieure au seuil retenu de 200 mg.kg⁻¹. Quant aux autres ETM (Cu, Pb, Cd, Zn) leurs concentrations sont largement au-dessous des seuils, elles représentent entre 3 et 15% de la norme (tableau 69, figure 62). La comparaison des concentrations enregistrées dans la boue et les EUE, indique que seuls le Ni et le Cr sont susceptibles de constituer une contrainte environnementale et être considérés comme éléments de références dans les études de projets de valorisation agricole des BRU de Boumerdes.

Au niveau du sol témoin, les concentrations déterminées sont inférieures à la norme. Les concentrations du Cd et Zn, représentent respectivement 7 et 12%, alors que les autres éléments, (Co, Cr, Cu, Ni, Pb) représentent des proportions comprises entre 20 et 30% de la valeur de la norme (tableau 70). Les éléments métalliques étudiés ont donc, une origine naturelle et aussi une origine anthropique liée à l'application des engrais et des produits phytosanitaire.

Tableau 69. Teneurs en métaux dans, la boue, les EUE et les sols sur 0 à 40cm.

	Boue	EUE	Norme-Boue ⁽¹⁾	Norme-Eaux Usées ⁽²⁾	S-SS	S-TW	S-STW	S-WR	S-NA	Norme-Sol ⁽³⁾
	(mg.kg ⁻¹)	(µg.L ⁻¹)	(mg.kg ⁻¹)	(mg.L ⁻¹)	(mg.kg ⁻¹)					
Ag	1,11	< ld	nd	nd	1,14	0,00	0,25	0,65	1,41	nd
Cd	0,69	< ld	20	0,05	0,13	0,24	0,09	0,00	0,13	2
Co	18,62	< ld	nd	0,05	14,1	9,6	24,2	44,8	6,6	30
Cr	428,74	< ld	1000	1	61,2	42,5	63,8	109,1	29,1	150
Cu	154,39	13,6	1000	5	70,8	150,9	122,0	31,8	22,3	100
Ni	202,47	< ld	200	2	23,9	20,1	21,8	42,0	15,4	50
Pb	93,76	< ld	800	10	33,8	28,3	37,6	37,5	20,3	100
Ti	1092,43	< ld	nd	nd	2173,0	1328,9	1186,9	831,3	382,3	nd
Zn	372,80	< ld	3000	10	94,5	46,7	60,5	101,7	35,1	300

⁽¹⁾ : Norme AFNor 44 041 pour la boue destinée à l'épandage ; ⁽²⁾ Norme FAO (200.3) pour les eaux usées destinées à l'irrigation des cultures ; ⁽³⁾ Norme AFNor 44 041 pour les sols prévus pour l'épandage des boues résiduaires

L'application de la boue, seule sur le sol S-SS ou associée aux EUE sur le sol S-STW, a engendré une accumulation de métaux largement supérieure au sol témoin. Cependant les concentrations des sols demeurent inférieures à la norme AFNor (tableau 69, figure 63). Comparée à la norme, la teneur accumulée sur le sol S-SS représente 30 à 50 % pour le Co, Cr,

Ni, Pb et Zn ; alors qu'elle atteint 71 % pour le Cu (Tableau 70). L'élévation importante des teneurs en cuivre peut-être aussi le résultat de la conduite culturale de la vigne faisant appel à des traitements phytosanitaires notamment le sulfate de cuivre (CuSO₄) dans la lutte contre le mildiou. L'application de fréquente de CuSO₄ sur la vigne, comme fongicide est un facteur à l'origine de la pollution cuprique des sols (Chaignon, 2001). L'application simultanée de la boue et des EUE (sol S-STW), s'accompagne d'une forte accumulation des métaux tels que le Cu, Co, Ni, Cr et Pb (tableau 70). Cette modalité présente une contrainte environnementale supplémentaire avec un facteur additionnel de contamination pour certains éléments, mais pas pour d'autres tels que le Zn, le Cd, l'Ag et le Ti.

Tableau 70. Proportion (%) représentée par la concentration totale des ETM dans les sols comparativement à la norme AFNor 44 041.

	S-SS	S-TW	S-STW	S-WR	S-NA
Ag	nd	nd	nd	nd	nd
Cd	7	18	4	0	7
Co	48	36	81	<u>146</u>	21
Cr	40	28	43	<u>72</u>	19
Cu	<u>71</u>	<u>152</u>	<u>122</u>	33	23
Ni	48	41	44	<u>72</u>	30
Pb	34	28	38	38	20
Ti	nd	nd	nd	nd	nd
Zn	32	15	20	44	12

nd : non disponible

L'irrigation du sol S-TW avec l'EUE induit des concentrations supérieures à celles du sol S-NA et plus importantes que celle du sol amendé dans le cas des du Cd, Cu et Ti.

L'utilisation de la boue et des EUE engendre une contamination des sols de 4 à 18 % pour le Cd et de 15 à 32 % pour le Zn, par rapport à la norme (Tableau 74). En revanche, les teneurs enregistrées du Co, Ni, Pb et Cr, montrent que l'accumulation des métaux représente l'équivalent de 30 à 50 % de la valeur de la norme.

Le cuivre représente le métal à forte contamination, suite aux apports des EUE sur les sols S-STW et S-TW, les concentrations produites sont respectivement de 122 et 150 mg.kg⁻¹ (tableau 70). Comparativement au sol S-NA, l'irrigation du sol S-TW avec l'EUE a entraîné une teneur en Cu équivalente à près de 7 fois la teneur du sol S-NA et 50 % plus que la norme (tableau 71 et figure 63).

Sur le sol S-STW, l'épandage de la boue associé à une irrigation avec les EUE, implique un effet additionnel de contamination, cela est vérifié pour le Co, Cr et Pb. Cependant cette

modalité d'utilisation s'avère moins contaminante qu'une utilisation séparée de la boue et EUE, pour les métaux tels que le Cd, le Zn, le Cu et le Ti.

L'examen des concentrations obtenues sur le sol S-WR, montre que l'effet de contamination de l'eau de rivière s'avère nettement supérieur à celui de la boue et des EUE pour les métaux tels que : Ag, Co, Cr, Ni, et Zn. Par contre ces eaux ne constituent pas une source de contamination de Cu pour des sols agricoles (tableau 69, figure 62).

Tableau 71. Facteurs d'accumulation des ETM exprimé par le rapport de la concentration [ETM] du sol traité et de la concentration [M] du sol témoin S-NA.

	S-SS	S-TW	S-STW	S-WR
Ag	0,8	0,0	0,2	0,5
Cd	1,0	1,8	0,7	0,0
Co	2,1	1,5	3,7	6,8
Cr	2,1	1,5	2,2	3,7
Cu	3,2	6,8	5,5	1,4
Ni	1,5	1,3	1,4	2,7
Pb	1,7	1,4	1,9	1,9
Ti	5,7	3,5	3,1	2,2
Zn	2,7	1,3	1,7	2,9

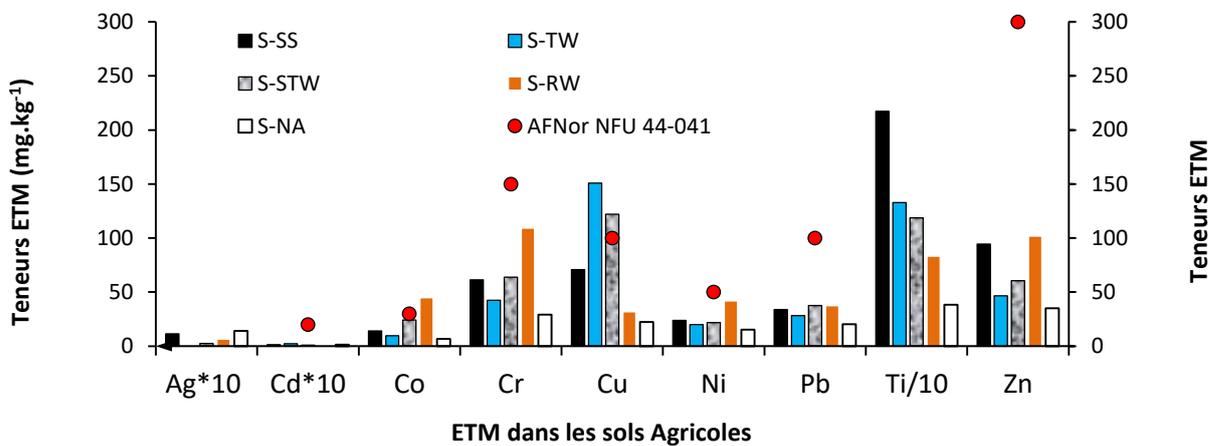


Figure 62. Teneurs en ETM dans les sols comparées à la norme AFNor 44. 041.

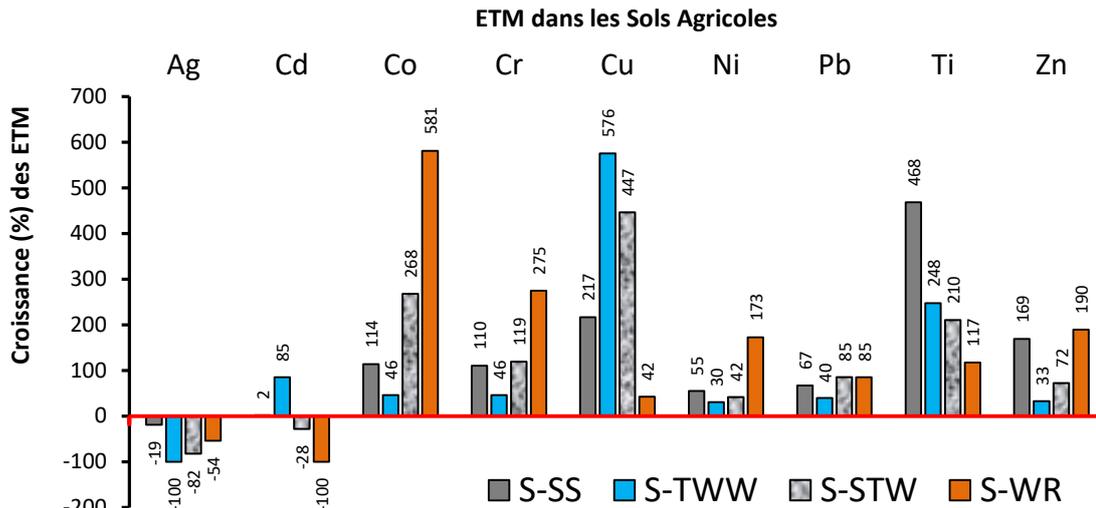


Figure 63. Croissance de la teneur totale des ETM par rapport au sol témoin S-NA

IV.4.2. Concentration des ETM dans la boue.

Les concentrations des métaux dans les boues de stations d'épuration des eaux usées urbaines dans différents pays présentent une grande variabilité des teneurs résultant essentiellement de la diversité des vecteurs de pollution des eaux usées, par conséquent du mode de vie et de consommation des populations. Certains éléments, comme le Cd, se présentent toujours avec une teneur faible dans toutes les boues (inférieure à 3mg.kg^{-1}). Alors que d'autres tels que le Cr, le Cu, le Ni et le Zn ont des teneurs très variables (Lasheen et Ammar 2009). La boue issue de l'épuration des eaux usées de la ville de Boumerdes présente une composition proche des valeurs indiquées par Seleem *et al.*, (2011) pour les boues de la station Sadat city et de Zufiaurre *et al.*, (1998) pour la ville de Zaragoza. La boue de la station de de Baraki près d'Alger (Igoud, 2001) n'est semblable à celle de Boumerdes que par sa teneur en Zn.

De ce fait l'application des boues de Step sur les sols agricoles doit impérativement être liée à la connaissance des teneurs en métaux de la boue à utiliser et des sols à amender. La mise en place ou l'adoption de normes nationales ou régionales, ne peut être suffisante pour une maîtrise du risque environnemental, surtout en absence d'une rigueur dans le protocole d'attribution et de contrôle de la qualité de la boue et des sols agricoles.

La station d'épuration des eaux usées de Boumerdes est alimentée par un réseau d'adduction unitaire. Ainsi, les sources probables des métaux présents dans la boue sont liées au mode de vie quotidien des ménages, aux intrusions de rejets des diverses activités économiques (industries, artisanat, élevage), le drainage de la voie publique et les dépôts atmosphériques.

Les teneurs trouvées des neuf métaux, ne peuvent pas être la conséquence directe des seuls apports de la boue, des EUE ou des eaux de rivières. Dans les sols agricoles, le fumier de ferme, les composts, les retombées atmosphériques, les engrais, les produits phytosanitaires, constituent aussi des sources de contaminations et de pollution en métaux des sols.

Les dépôts de Zinc à partir de l'atmosphère dans les pays européens représentent en moyenne 227 g/ha/an suivi du Pb (38 g/ha/an) et du Cu (34 g/ha/an) (Nicholson et al., 2003). Par conséquent, le zinc trouvé émis dans l'atmosphère par différentes sources, représente une quantité importante et un vecteur de contamination des sols agricoles. Les retombées atmosphériques du cobalt peuvent provenir des feux de forêts, de l'érosion éolienne et des embruns marins (Hamilton, 1994). Ces facteurs naturels interviennent par leur récurrence dans la variabilité des teneurs enregistrées dans les sols, les boues et les eaux usées. Nicholson et al., (2003), montrent aussi que les engrais inorganiques phosphatés constituent une source de Zinc, de Cadmium et de Chrome. Malheureusement, dans les bilans de fumures, l'application des matières fertilisantes ne prend pas en compte les teneurs en métaux tels que le Cd, le Zn et le Cr qui peuvent être acheminées avec le temps dans les sols agricoles.

IV.4.3. Impacts environnementaux et facteurs de contaminations.

L'évaluation de l'impact environnemental des éléments métalliques peut être déterminée par le calcul d'un facteur de contamination individuel (FCI) en utilisant l'équation proposée par Fernandes (1997). Le FCI représente le rapport de la somme des teneurs portées par les fractions hydrosoluble, acido-soluble, réductible et oxydable et de la teneur portée par la fraction résiduelle (Perin et al., 1997).

$$FCI = \frac{[F - (wat + ac + red + oxi)]}{[F - res]}$$

Le facteur global de contamination (FGC) pour un sol est déterminé par la somme des FCI des ETM étudiés. Par conséquent, l'avantage des données de l'extraction séquentielle ou de la spéciation des métaux permet d'établir un ordre caractérisant la gravité de la situation de contamination d'un sol pour un type d'utilisation. Les valeurs du FGC obtenues (tableau 72) montrent que le sol S-TW présente un FGC élevé, donc un risque environnemental plus fort.

Cette position est notamment liée au FCI du Cuivre d'une valeur de 4,23. La valeur du FCI-Cu sur les autres sols est comprise entre 2,65 et 2,45 obtenues respectivement sur les sols S-NA et S-SS. L'irrigation avec les eaux de rivière a induit sur le sol S-WR un risque environnemental faible, en raison de la spéciation de la majorité des ETM caractérisés par une forte affinité avec la fraction résiduelle.

Les autres métaux disposent d'un FCI toujours plus important au sein du sol S-SS. Ainsi, l'application de la boue est accompagnée d'un impact environnemental important surtout pour les métaux tels que le Pb, le Co et le Zn.

Tableau 72. Valeurs des facteurs individuels (FCI) et globaux de contamination (FCG) des ETM dans les sols.

	Ag	Cd	Co	Cr	Cu	Ni	Pb	Ti	Zn	FCG
S-SS	#	#	0,98	0,17	2,45	0,46	1,84	0,0027	0,94	6,84
S-TW	#	#	0,85	0,20	4,23	0,33	1,36	0,0059	0,31	7,28
S-STW	#	#	0,36	0,15	2,52	0,33	0,86	0,0008	0,43	4,65
S-WR	0,165	#	0,48	0,08	0,39	0,54	0,39	0,0004	0,20	2,25
S-NA	0,078	#	0,46	0,29	2,62	0,46	1,01	0,0159	0,34	5,28

La teneur portée par la fraction résiduelle est égale à zéro.

Le *Plomb* est le deuxième élément avec un impact environnemental important suite à l'application des EUE et de la boue. Le FCI du Pb est de 1,84 et 1,36 respectivement dans les sols ayant reçu la boue seule (S-SS) ou associée aux EUE (S-STW). En revanche l'utilisation des eaux de rivière engendre une diminution du FCI à 0,39 suivie de la réduction de la proportion biodisponible à 10,6 mg.kg⁻¹, de façon semblable à celle du sol S-NA. Sur les autres sols les fractions de Pb potentiellement biodisponibles sont plus importantes ; S-SS (21,9mg.kg⁻¹) ; S-STW (17,4 mg.kg⁻¹) et S-TW (16,3 mg.kg⁻¹) (tableau 73).

Le *Zinc* dispose d'un FCI, compris entre 0,2 et 0,94 ; ce métal présente un fort risque environnemental suite à l'épandage de la boue où 45,8 mg.kg⁻¹ sont biodisponible, une teneur 4 fois supérieur à celle du sol S-TW irrigué (10,9 mg.kg⁻¹) avec les EUE. En outre, l'application simultanée de la boue et de EUE sur le sol S-STW conduit à une contamination plus faible que l'utilisation seule de la boue sur S-SS. Cette modalité montre bien que les EUE réduisent l'accumulation du Zn dans le sol et favorisent aussi son transfert vers les horizons sous-jacents.

Les sols amendés et le sol témoin présentent un FCI variant entre 0,33 et 0,46 pour le *Nickel*. La fraction biodisponible de Ni est comprise entre 5 et 7,5 mg.kg⁻¹ (correspondant à 25 et 31,7% de la teneur totale. Néanmoins, l'irrigation avec les eaux de rivière conduit à une proportion de Ni biodisponible semblable aux autres sols, mais en terme quantitatif la teneur (14,7mg.kg⁻¹) est 2 fois supérieure.

L'application de la boue et des EUE sur les sols de vignobles étudiés a induit un FCI du *Chrome* compris entre 0,15 et 0,20, qui sont des valeurs inférieures à celles trouvées sur le sol témoin

S-NA. Malgré les différences observées dans les teneurs totales enregistrées sur les sols, la biodisponibilité du Cr demeure semblable et varie de 6,5 à 8,7mg.kg⁻¹.

Tenant compte des valeurs du FCG indiquées au tableau 73, le classement des sols en fonction du risque environnemental suit l'ordre suivant : S-TW > S-SS > S-NA > S-STW > S-WR. La troisième position du sol S-NA avant le sol S-STW est le résultat de la spéciation des métaux et de la distribution des concentrations en faveur des fractions porteuses potentiellement biodisponibles.

Le FCG issu de la somme des FCI se base sur la proportion de métaux potentiellement biodisponible. A cet effet l'attribution d'un FCI supérieur pour la majorité des métaux, une conséquence du rapport [$\sum (F\text{-wat-red-oxi-red}) / F\text{-res}$], a conduit à un FCG plus important chez le sol S-NA. La somme des concentrations $\sum (F\text{-wat-red-oxi-red})$ des métaux dans le sol S-STW du Cu, du Pb, du Co, du Ni, du Cr et du Zn sont respectivement de 87,4 ; 17,4 ; 6,4 ; 5,4 ; 8,2 et 18,1 mg.kg⁻¹. En revanche, pour les mêmes métaux, dans le sol S-NA, les teneurs sont respectivement de 16,2 ; 10,2 ; 2,1 ; 4,2 ; 6,5 et 9,0 mg.kg⁻¹ (Tableau 73).

Tableau 73. Teneurs (mg.kg⁻¹)* et Proportions (%)# de la somme des fractions potentiellement biodisponibles ($\sum Frc. PB$) et de la fraction résiduelle (F-res) des sols.

	S-SS		S-TW		S-STW		S-WR		S-NA	
	$\sum Frc. PB$	F-res	$\sum Frc. PB$	F-res	$\sum Frc. PB$	F-res	$\sum Frc. PB$	F-res	$\sum Frc. PB$	F-res
Ag	1,1	< ld	< ld	< ld	0,2	< ld	0,1	0,6	0,1	1,3
Cd	0,1	< ld	0,2	< ld	0,1	< ld	< ld	< ld	0,1	< ld
Co	7,0	7,1	4,4	5,2	6,4	17,8	14,6	30,2	2,1	4,5
Cr	8,7	52,5	7,0	35,5	8,2	55,6	8,0	101,0	6,5	22,6
Cu	50,3	20,5	122,0	28,9	87,4	34,6	8,8	22,9	16,2	6,2
Ni	7,5	16,4	5,0	15,0	5,4	16,4	14,7	27,2	4,9	10,5
Pb	21,9	11,9	16,3	12,0	17,4	20,2	10,6	26,9	10,2	10,1
Ti	5,8	2167,2	7,7	1321,2	0,9	1186,0	0,3	830,9	6,0	376,3
Zn	45,8	48,7	10,9	35,8	18,1	42,5	17,0	84,8	9,0	26,2
	$\sum Frc. PB$	F-res	$\sum Frc. PB$	F-res	$\sum Frc. PB$	F-res	$\sum Frc. PB$	F-res	$\sum Frc. PB$	F-res
Ag	100	00	00	00	100	00	14,1	85,9	7,3	92,7
Cd	100	00	100	00	100	00	00	00	100	00
Co	49,6	50,4	45,9	54,1	26,5	73,5	32,6	67,4	31,6	68,4
Cr	14,3	85,7	16,4	83,6	12,9	87,1	7,4	92,6	22,3	77,7
Cu	71,0	29,0	80,9	19,1	71,6	28,4	27,9	72,1	72,4	27,6
Ni	31,4	68,6	25,1	74,9	24,7	75,3	35,1	64,9	31,7	68,3
Pb	64,8	35,2	57,6	42,4	46,2	53,8	28,2	71,8	50,3	49,7
Ti	0,3	99,7	0,6	99,4	0,1	99,9	0,0	99,98	1,6	98,4
Zn	48,4	51,6	23,4	76,6	29,9	70,1	16,7	83,3	25,5	74,5

*: en noir pour les teneurs (mg.kg⁻¹) des ETM ; #: en bleu les proportions par rapport à la teneur total des ETM dans les sols. $\sum Frc. PB = F\text{-wat} + F\text{-ac} + F\text{-red} + F\text{-oxi}$.

Les données affichées dans le tableau 74 montrent aussi que sur le sol amendé avec la boue, les métaux ayant un fort FCI tels que le Ni, le Zn, le Co, le Cu et le Pb présentent respectivement une proportion de 31,4 ; 48,4 ; 49,6 ; 64,8 et 71 % de la teneur totale. L'irrigation des sols avec les EUE, induit une plus forte biodisponibilité pour le Cu (81% de la teneur totale), alors que les autres métaux sont dans des proportions inférieures (23 à 57 %).

Globalement le cuivre susceptible d'être biodisponible dans les sols est de 50 à 122 mg.kg⁻¹, soit une proportion comprise entre 70 et 81% de la teneur totale. Ce résultat peut être une conséquence des fortes teneurs ou de conditions pédologiques spécifiques, car des auteurs (Rudd, 1987; Alloway, 1995; Amir et al., 2005) rapportent que le Ni dispose d'une mobilité plus importante que le Cu. Ainsi la boue de la Step de Boumerdes, engendre après épandage une teneur et une mobilité des ETM plus importantes dans les sols agricoles.

IV.5. Analyse statistique des données des ETM.

IV.5.1. Analyse de la variance.

L'analyse de la variance réalisée a pour objectif de montrer la qualité des différences observées entre les sols dans leurs teneurs totale cumulées des 9 ETM étudiés (tableau 74). Il s'agit de comparer les sols amendés avec la boue ou irrigués avec les EUE au sol témoin sans apports. L'analyse indique une p-value = 0,011, donc H₀ peut être rejetée au seuil de 5%, mettant en évidence des différences significatives dans les sols étudiés. Le test de comparaison des sols deux à deux, est acceptable avec une p-value = 0,05. Ce test montre une différence très significative au seuil de 1% entre le sol témoin et le sol amendé. La contamination des sols agricoles en ETM suite à l'épandage de la boue est très significative comparativement au fond pédogéochimique naturel.

Dans une deuxième analyse de la variance, nous avons introduit le sol S-WR (irrigué avec les eaux de la rivière) et comparé les cinq sols agricoles. L'analyse montre une p-value = 0,0076, donc H₀ peut être rejetée au seuil de 1% ce qui signifie que des différences très significatives existent entre les sols en termes de la quantité de métaux drainée par les types d'apports étudiés : la boue, les EUE et les Eaux de rivière. Cette analyse confirme la suprématie du pouvoir de contamination de la boue par rapport aux autres apports sur les sols agricoles. Le test de comparaison des sols deux à deux montre que :

- le sol amendé est très significativement différents du sol témoin au seuil de 1%.
- Le sol amendé est significativement différent du sol irrigué avec les eaux de rivière au seuil de 10%.

Ceci implique que les eaux de rivière présentent un pouvoir de contamination aussi important que celui de la boue résiduaire urbaine. Cette conclusion, confirme ainsi nos précédentes observations où la contamination du sol S-WR par certains métaux (Co, Cr, Ni, Pb et Ti) était plus importante que le sol S-SS.

Tableau 74. Teneurs cumulées des ETM étudiés dans les agricoles.

	p1 0 à 10cm	p2 10 à 25cm	p3 25 à 40cm
S-NA	452,7	500,8	559,0
S-WR	1417,4	1395,4	876,5
S-TW	1526,0	2067,5	1285,4
S-SS	2047,0	3450,8	1782,6
S-STW	1242,2	1546,3	1686,6

IV.5.2. Analyse en Composantes Principales.

Les projections des ACP basées sur les proportions des fractions porteuses par rapport aux teneurs totales des ETM présentent une variance totale allant de 73% à 94%. Les projections obtenues sont acceptables et permettent une typologie des sols. Les ETM à forte contributions à construction des axes sont : le Cu, le Cd et le Ti dans le cas du sol témoin S-NA et des sols amendés avec la boue ou irrigués à l'EUE. Sur le sol irrigué à l'eau de rivière (S-RW), nous constatons particulièrement une forte contribution du Co par rapport aux autres sols. Par ailleurs le Cu est le métal, qui sur l'ensemble des sols, se caractérise par une meilleure corrélation avec les fractions F-wat et F-ac.

L'épandage de la boue seule (sol S-SS) ou associée à l'EUE (sol S-STW) a engendré une projection antagoniste du Ti, du Ni, du Cr et du Co (figure 64c, 64d). Cette projection est le résultat de la forte affinité de ces métaux à la F-res (> 50% chez le sol S-SS et > 73% chez S-STW), mais aussi par le fait que : le Ni, le Co et le Cr présentent de meilleures affinités aux fractions F-red et F-oxi dans le cas du sol amendé (S-SS).

L'irrigation avec les EUE (sol S-TW) engendre un comportement des ETM comparable à la boue (figure 64b). La projection confirme une spéciation du Zn similaire au Ni, au Cr et au Ti, suite à la forte affinité avec la F-res et la distribution semblable sur les fractions F-oxi et F-red. La proportion de Zn, de Ni et de Cr portée par la F-red est comprise entre 8 et 17%, alors que sur la F-oxi enregistre 5 à 8% de la teneur totale.

Sur le sol S-RW, les corrélations sont assez différentes par rapport aux autres sols. Sept métaux (Ag - Co - Cr - Cu - Ni - Pb - Ti) possèdent une bonne qualité de projection par rapport à l'axe E2 (figure 64e). Bien que l'ensemble des ETM soient fortement portés par la F-res (86 à 99%), sur la projection seuls le Ti, le Ag et le Cr expriment cette caractéristique. Tandis que, le Co, le Ni, le Cu et le Pb, sont caractérisés par une corrélation avec les F-red et F-oxi, résultant des proportions de ses fractions allant de 28 à 34 % de la teneur totale.

L'ACP établie pour le sol témoin montre que les ETM gardent une corrélation assez semblable d'une grande partie des ETM (Cu, Zn, Ni, Cr, Pb et Ti) en comparaison au sol amendé et au sol irrigué avec les EUE. Ceci implique que le comportement des ETM est stable dans le sol, malgré les variations de spéciation constatées se rapportant aux proportions de métaux portées par les F-red et F-oxi suite à l'application de la boue et/ou des EUE. Des variations dans l'affinité (déplacement de l'affinité), déjà décrites dans les paragraphes : IV.3.3.4 et IV.3.4.5 particulièrement pour le Ni et le Cr.

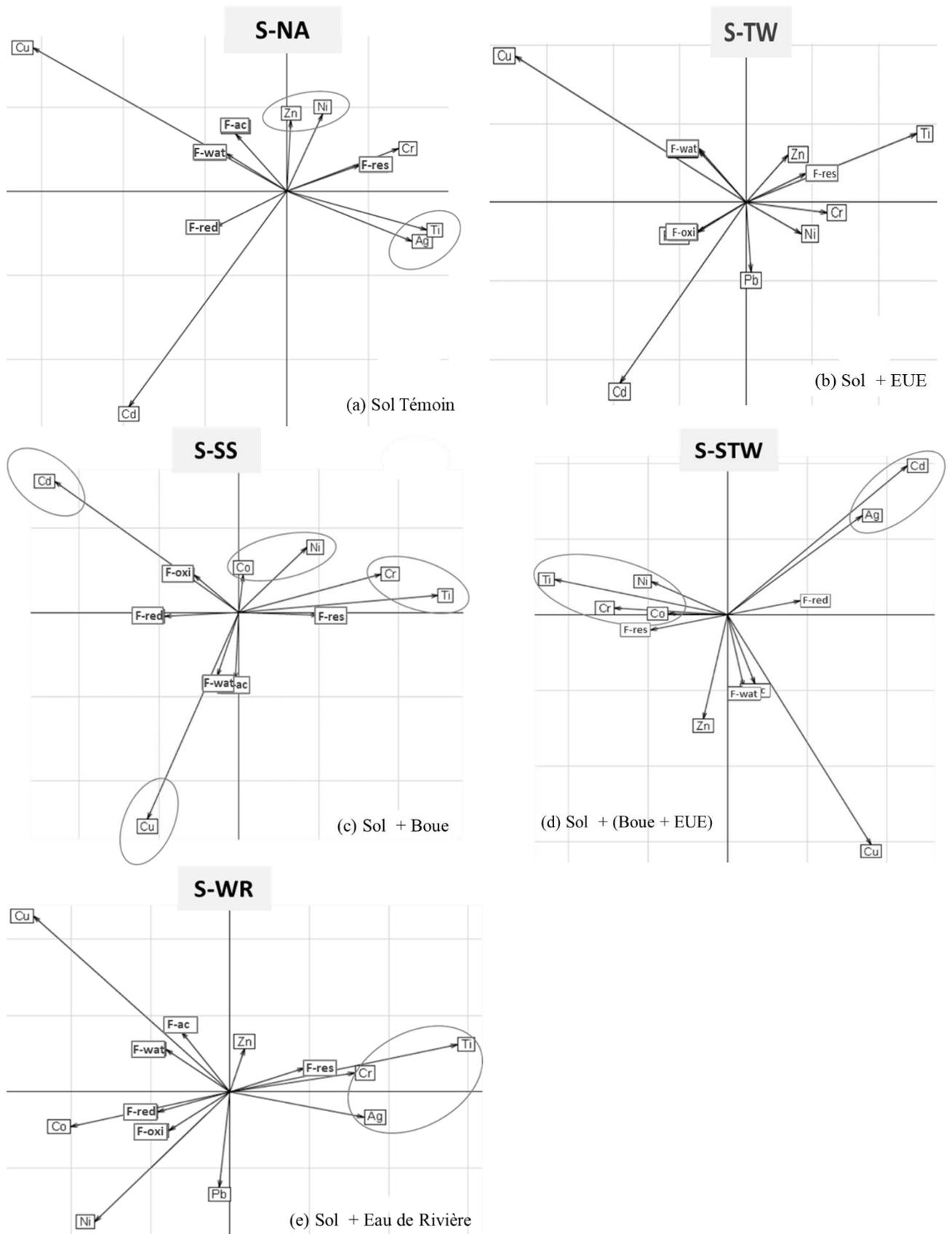


Figure 64 (a,b,c,d ,e). Projection de l'ACP données des proportions des fractions porteuses des ETM dans les sols agricoles.

IV.6. Conclusion.

La détermination de la concentration des ETM dans les EUE et la boue, montre que le processus d'épuration biologique adoptée à la Step de Boumerdes permet le piégeage dans la boue de la majorité des ETM drainés par les eaux usées brutes. Les résultats indiquent que la boue et les EUE sont aptes à la réutilisation agricole. Cependant l'application a conduit à une forte accumulation dans les sols, largement supérieure au sol de référence S-NA. Le Cuivre, le Nickel, le Chrome, le Zinc, le Cobalt et le Titane présentent des concentrations dont le facteur de croissance est fortement variable en fonction de la nature de l'apport (tableau 75).

Tableau 75. Facteurs d'accumulation des ETM comparativement à la teneur du sol S-NA.

	Cu	Pb	Ni	Cr	Zn	Co	Cd	Ag	Ti
S-SS	<u>3,2</u>	1,7	1,5	<u>2,1</u>	<u>2,7</u>	2,1	1,0	0,8	<u>5,7</u>
S-TW	<u>6,8</u>	1,4	1,3	1,5	1,3	1,5	1,8	0,0	3,5
S-STW	<u>5,5</u>	1,9	1,4	<u>2,2</u>	1,7	<u>3,7</u>	0,7	0,2	3,1
S-WR	1,4	1,9	<u>2,7</u>	<u>3,7</u>	<u>2,9</u>	<u>6,8</u>	0,0	0,5	2,2

Globalement les métaux disposent d'une affinité identique à celle du sol témoin S-NA. Cependant, pour le Cu et le Pb un déplacement d'affinité en faveur de F-res est observé dans les sols S-STW et S-WR. Le Cu dispose d'une affinité dominée par la fraction réductible (près de 60%) et répond à l'ordre suivant : F-red>F-res>F-oxi>F-ac>F-wat. L'irrigation avec l'eau de rivière a engendré une proportion de 72% de la teneur totale de Cu sur la F-res, (supérieure à F-red) et une moindre biodisponibilité. L'application simultanée de la boue et des EUE, a engendré pour le Plomb un déplacement d'affinité vers la F-res, avec une réduction de la proportion de F-red de 42%. De même que sur le sol S-WR, irrigué à l'eau de rivière, le Pb a une proportion de 72% sur la F-res et seulement 24% F-red.

Le Ni, le Cr, le Co et le Zn, ont un ordre d'affinité identique avec F-res variant de 50 à 90% de la teneur totale. L'application de la boue ou des EUE, induit près de 30% de la teneur total de Ni sur les fractions F-oxi et F-red, mais cette proportion est réduite à 10 et 15% pour le Cr.

Le Zn et le Co présentent une spéciation différente selon le type d'apports. Dans le sol amendé, le Zn est porté à 52% sur la F-res, mais cette proportion atteint 70% chez les sols irrigués, ainsi l'irrigation induit une faible biodisponibilité du Zn. La portion biodisponible de Co est fortement influencée par la modalité d'apport de la boue. L'apport seul de la boue ou des EUE, place une proportion près de 50% de la concentration totale sur fractions F-red, F-oxi et F-ac. Tandis que l'association 'boue et EUE' sur le sol S-STW, réduit cette proportion à des niveaux semblables aux sols S-WR et S-NA (≈30%).

Le Cd dans les sols est essentiellement complexé aux oxydes de fer et les matières organiques. L'apport de la boue induit une proportion de 30% sur la F-oxi. En revanche sur le sol irrigué avec les EUE, cette proportion est réduite à 12%.

La concentration d'Ag dans les sols est comprise entre 0,25 et 1,41mg/kg. Ag n'est pas détecté dans les cas des sols irrigués à l'EUE, mais il est entièrement porté par les oxydes de fer et les matières organiques sur les sols S-SS et S-STW amendés avec la boue. Contrairement à l'Ag et Cd, le Ti est détecté sur la F-red et F-oxi à des proportions inférieures à 1,5% de la teneur totale.

L'irrigation avec les EUE présente un risque environnemental plus fort, lié essentiellement au **Cuivre**. Les quantités de Cu potentiellement biodisponible sont très importantes suite à l'application de la boue et des EUE; S-SS (50 mg.kg⁻¹); S-STW (87mg.kg⁻¹); S-TW (122mg.kg⁻¹). En revanche sur les sols S-NA et S-WR, les quantités sont respectivement de 16 et 8 mg.kg⁻¹. De même pour le **Plomb** la fraction biodisponible est comprise entre 21,9 et 16,3 mg.kg⁻¹.

Le **Zinc** présente un fort risque environnemental après épandage de la boue. Un teneur de 45,8 mg.kg⁻¹ est biodisponibles sur le sol S-SS, une teneur 4 fois supérieur à celle du sol S-TW irrigué aux EUE. Le **Chrome**, le **Nickel** et le **Cobalt** ont une forte proportion portée par la fraction résiduelle du sol. Malgré les différences observées dans les teneurs totales enregistrées sur les sols, leur fraction biodisponible demeure semblable et inférieure à 14 mg.kg⁻¹.

La teneur totale des ETM est considérée insuffisante pour mettre en évidence les effets environnementaux potentiels dans les sols agricoles. Les résultats enregistrés sur les sols amendés à la boue et/ou irrigué à l'EUE montrent que la teneur totale et sa fraction biodisponible sont fonction de la nature du métal et de la source de contamination. La spéciation des métaux permet de mettre en évidence ce qui est potentiellement biodisponible et ce qui ne l'est pas. Elle constitue un outil d'aide à la décision dans les projets d'assainissement des sols et/ou de restrictions d'utilisation des terres agricoles.

IV.6. Long-term, low technicality sewage sludge amendment and irrigation with treated wastewater under Mediterranean climate: impact on agronomical soil quality.

Rabia Cherfouh¹, Yves Lucas², Arezki Derridj¹, Patricia Merdy²

¹ Laboratoire Production, amélioration et protection des végétaux et des denrées alimentaires (LPAPVDA), Université Mouloud Mammeri, BP 17 RP, 15000 Tizi-Ouzou, Algérie.

² Laboratoire PROTEE, Université de Toulon, CS 60584, 83041 Toulon Cedex 9, France.

Environmental Science and Pollution Research
Volume 25, issue 35, pp35571-35581.

<https://doi.org/10.1007/s11356-018-3463-3>

RESEARCH ARTICLE

Received: 23 March 2018 / Accepted: 16 October 2018.

© Springer-Verlag GmbH Germany, part of Springer Nature 2018.

IV.6.1. Abstract.

We evaluated the agronomic quality of loam to clay-loam soils from a Mediterranean area, which have been submitted for more than 10 years to irregular and poorly controlled treated wastewater (TWW) irrigation and sewage sludge (SS) amendment, both TWW and SS issuing from a domestic effluent treatment plant. A soil was submitted to SS amendment only, another to TWW irrigation only, another to both treatments, and another was not submitted to any of these treatments. We found that the agronomic quality of the treated soils has not decreased. In treated soils, it was observed a slight increase of pH, an increase of the cation exchange capacity, and no change of either salinity or electrical conductivity. Sodium adsorption ratio and exchangeable sodium percentage remained satisfactory, below 13 and 15, respectively, and no infiltration problems were observed, indicating that rainwater percolation was sufficient to leach the salt brought by SS or TWW. The soil organic matter (SOM) increased in all SS-amended and/or TWW irrigated soils, the increase being higher in SS-amended soils. The SOM kept a satisfactory C/N ratio, lower than 15; the SUVA (Specific UV Absorbance) and E2/E3 index showed normal characteristics of the water-extracted organic matter (WEOC). Both SS amendment and TWW irrigation brought high amounts of nutrients in the considered soils and increased the nutrients disponibility, especially regarding K and P, as shown by the nutrient concentrations in the soil water extracts. The pH increase does not seem to be a problem for the bioavailability of trace elements, at least regarding Cu, Zn, Co, and Fe. Complementary studies should be undertaken for Ni. These observations highlight the potential agronomical benefits of application of wastewater and sewage sludge, even without great technicality, the better results being obtained using both SS amendment and TWW irrigation.

Keywords / Wastewater reuse. Sewage sludge reuse. Mediterranean zones. Soil quality. Water-extractible nutrients. Metal bioavailability.

IV.6.2. Introduction.

In Algeria, the quantity of sewage sludge (SS) currently produced from wastewater treatment plants is around 250,000 tons per year; it is estimated that the quantities of sludge will reach 450,000 tons in 2020. The treatment techniques applied for sludge are incineration, landfill, and composting or spreading on agricultural land.

A large part of the sludge is deposited along rivers or in domestic waste disposal sites, while only 25% are spread on agricultural lands. Moreover, the volume of treated wastewater (TWW) in Algeria is estimated at 560,000 m³ and 65% of this water are used for the irrigation of cultivated lands (Hannachi et al. 2014). The scarcity of water resources has increasingly encouraged recycled wastewater as suitable resource substitute (Pereira et al. 2002; Qadir et al. 2010) since this practice offers various advantages: the reuse of TWW avoids their direct discharge into streams, supports fresh water resources protection, recycles nutrients, and minimizes water and soil pollution with regard to uncontrolled disposal (Rehman et al. 2013). However, wastewater irrigation also involves potential risks to soil quality and to the quality of crops production, because of the presence of various inorganic substances, including potential toxic elements (Cr, Cd, Pb, Ni, and Hg) (Rehman et al. 2013; Elifantz et al. 2011), and to high levels of Na, which in the long term could degrade the physical properties of the soils (e.g. Halliwell et al. 2001; Stevens et al. 2003). These risks must be taken into account and evaluated.

The sludge spreading practice on agricultural lands is considered as the easiest and economically cheapest disposal procedure (Pedrero et al. 2010; Fytily and Zabaniotou 2008). As generally admitted, wastewater and sludge are attractive alternatives for water and fertilizers because they provide the nutrients and water necessary for crop growth. Application of unprocessed wastewater sludge and wastewater sludge has been reported as beneficial organic fertilizers (Singh and Agrawal 2008; Roca-Pérez et al. 2009). Wastewater irrigation and sludge spreading lead to higher yields than usual for most crops and reduce the requirements for fertilizers, resulting in net cost savings for farmers (Warman and Termeer 2005; Zebarth et al. 2000; Hussain et al. 2002). The sludge is a source of major nutrients such as P, K, S, Ca, Mg, micronutrients, and organic matter. Sludge applications usually improve the physicochemical and biological soil properties, such as porosity, field capacity pH, organic matter content, and available phosphorus (Mtshali et al. 2014; Delibacak et al. 2009; Tarchouna et al. 2010). For these reasons, the sludge is considered as an interesting alternative as fertilizer in agricultural lands and as the tool to maintain the soil carbon stock. On the other hand, sludge produced after wastewater treatment is particularly difficult to manage due to the increasing quantities

produced and the potential pathogenic organisms and metal contents present in the sludge. The great variability in the sludge composition requires a specific analysis before use.

In Algeria, the application of sludge and waste water on agricultural land has been developed only recently and is spreading rapidly. The research and scientific contributions that address the above issues are scarce and only considered the agronomic value of sludges (Ramdani et al. 2015; Benmouffouk 1994; Igoud 2001). Our informal discussions have shown that local farmers in Algeria have observed a significant increase in yields after using sludge or TWW, but no data are available.

In the absence of regulatory requirements in Algeria and as the agricultural use of SS and TWW began empirically, without prior local agronomic experiment and without precise control of the quantities brought, our objective is to verify that the existing recovery routes for sewage sludge and TWW are both economically viable on the long term and safe in terms of health. Planning efforts toward this goal should include the evaluation of potential changes in soil quality when amended with SS or irrigated with TWW and the understanding of the related agronomic and environmental issues.

This part of the study is focused on the impact of 10-year wastewater irrigation and sludge amendments on soil agronomic quality, in a context where the application of SS amendment or TWW irrigation is irregular and relatively poorly controlled. The potential contamination with potentially toxic elements will be considered in a further publication.

IV.6.3. Study site.

The study area is located in northern Algeria, in the Corso city territory (district of Boumerdes). The geological substrate is an upper Pliocene compact red sand that recovers an older marl. The region climate is Mediterranean, characterized by hot and dry summer followed by a relatively cold and rainy season, from November to May, with an annual average rainfall of 650 mm.

The use of sewage SS and TWW issued from the Boumerdes wastewater plant had begun in 2002 on agricultural land cultivated for table grape (Dattier de Beyrouth variety). The sludge is spread once a year at an estimated dose between 15 and 20 tons per hectare, while the drip irrigation with TWW is practiced from May to October to compensate for the hydric shortages.

A specific pipeline network transports daily 5200 m³ of TWW for irrigation of 70 ha. It was very difficult to obtain reliable information about the use of fertilizer in the selected farms. Commonly used fertilizers are ammonium nitrate NH₄NO₃ 33.5% N; Urea 46% N; Sulphate of

potash K_2SO_4 50% K_2O and superphosphate $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot CaSO_4$ 20% P_2O_5 . Unfortunately, applied quantities remain unknown by the farmers themselves.

We sampled five representative vineyards soils, similar in terms of parent rock, soil type, topographical situation, and technical farming. They differentiate only for the use of SS, TWW, and river water applications. The map (Fig. 1) locates the sampling sites, situated about 1 km from the sea coast. The different treatments to the soil surface have been applied for 14 years, and the samples collected were representative of each of them. We collected a soil receiving sewage sludge (S-SS), a soil irrigated with TWW (S-TW), a soil receiving both sludge and TWW (S-STW), and a reference soil that did not received either sludge or TWW (S-NA). Some farms use river water to irrigate vineyards in summer; so we also sampled a farm (S-WR) that have been using for 5 years river water issued from the Corso River, which is issued from the Keddara dam, in order to compare with sludge and TWW applications. Unlike the other studied soils, however, the S-WR soil received organic amendments of cattle manure. The sewage sludge (SS) and the treated wastewater (TWW) were sampled at the Boumerdes wastewater treatment plant.

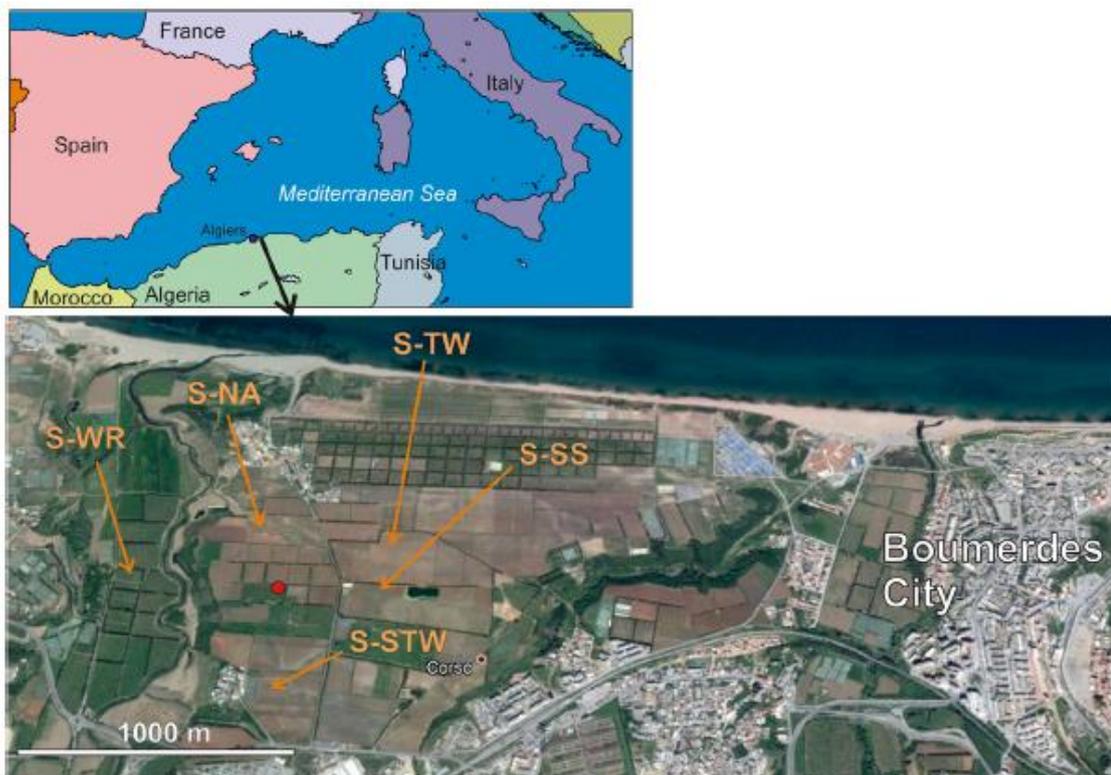


Fig. 1 Location of the sampling sites in the Boumerdes region, Northern Algeria. The point in the view is N 36° 45' 34.56", E 3° 25' 24.96". View from Google Earth, 2017.

IV.6.4. Materials and methods.

IV.6.4.1. Soil sampling.

The sampling was performed in April 2013 at three depths (P1, 0-10 cm; P2, 10-25 cm; P3, 25-40cm). The soil samples were taken during the same month in order to take into account the turnover process that can lead to carbon content variability. At each site, and for each depth, five cores were sampled at the corners and at the center of a 1-m square plot of 60 cm deep with an auger. A composite soil sample was generated by thoroughly mixing together the five subsamples from a given depth. Samples were air-dried and sieved at 2 mm. Aliquots of the < 2 mm soil fraction were ground in an agate mortar and stored in polyethylene containers at 4 °C until analysis. The dry bulk density (ρ_d) was determined using the ring method.

IV.6.4.2. Analysis.

All solutions were prepared with high purity water (resistivity $\approx 18 \mu\text{s}\cdot\text{cm}^{-1}$, Milli-Q Plus system, Millipore Corporation, USA) and analytical grade (Merck). For sludge and soil samples, pH was determined at a 1:5 soil-to-water ratio. The soil texture was determined with the Robinson pipet method. In the literature, water-extractable organic carbon or major species are measured on water extracts obtained using a soil-to-water ratio ranging from 1:2 (Zsolnay 2003) to 1:10 or more (Zeng et al. 2015). Here we choose a 1:10 soil-to-water ratio, agitation for 24 h and filtration at 0.45 μm . Organic carbon and total nitrogen of solid samples (soils and SS) were determined using a CHNS apparatus (Shimadzu, Flash 2000) after H_3PO_4 pretreatment (Pastor et al. 2011). For liquid samples (TWW and water extracts), dissolved organic carbon was determined using a TOC analyzer (TOC-V CSH, Shimadzu) after acidification and nitrogen purging. At least three sample replicates and three analysis replicates for each sample were performed in order to meet statistical acceptance requirements. The soil or sludge organic matter (SOM) was calculated from the soil or sludge organic carbon (SOC) using the formula:

$$\text{SOM (\%)} = \text{SOC (\%)} * 1,724$$

Cation exchange capacity (CEC) was determined for sludge and soil samples by the cobaltihexamine procedure (Tarchouna et al. 2010). Metal contents were quantified by ICP-AES (inductively coupled plasma atomic emission spectrophotometry) while ion concentrations in solution (nutrients and other major species) were determined by ionic chromatography (Dionex-DX-120). The electrical conductivity EC was determined on a 1:10 soil-to-water ratio using a conductometer. In order to compare with the literature data, we

calculated the EC corresponding to saturated paste extract (EC_{SP}) from the value measured on the 1:10 extract ($EC_{1:10}$) using the following correlation equation (de Souza et al. 2013) where EC_{SP} and $EC_{1:10}$ are expressed in $mS.cm^{-1}$:

$$EC_{SP} = 23,654 EC_{1:10} - 0,2664$$

The exchangeable sodium percentage (*ESP*) was calculated using the CEC and the Na concentration in the 1:10 soil extract. The sodium adsorption ratio (*SAR*), widely used to evaluate probable risks of irrigation water on the soil structure and the sodicity hazard of a soil, was calculated using the formula

$$SAR = \frac{[Na^+]}{\sqrt{\frac{[Ca^{2+}] + [Mg^{2+}]}{2}}}$$

Where $[Na^+]$, $[Ca^{2+}]$ and $[Mg^{2+}]$ $mmol.c L^{-1}$ concentrations in the 1:5 water extract (He et al. 2015).

The organic matter in the water extract (WEOC, Water-Extractable Organic Carbon) was characterized by UV-visible spectrometry to calculate the SUVA254 index (Specific UV absorbance at 254 nm normalized for dissolved organic carbon concentration, here expressed in $L mg C^{-1} m^{-1}$) and the E2/E3 ratio (ratio of UV absorbance at 250 and 365 nm). The SUVA254 index is indicative of the organic matter aromaticity, usually related to humification (Weishaar et al. 2003), and the E2/E3 ratio is positively related to low-molecular-weight compounds (Peuravuori and Pihlaja 1997).

Bioavailability of trace elements likely to cause deficiencies in soils with basic pH (Cu, Zn, Mn, Co, Ni) was evaluated by water and sodium acetate extractions. Water extraction was performed at a 1:5 soil-to-water ratio, agitation for 24 h, and filtration at 0.45 μm . Sodium acetate extraction was performed by introducing 2 g soil or sludge in 20 mL KNO_3 1 M, shaking for 16 h, adding 16 mL of CH_3COONa 1 M, shaking 3 h, and filtrating at 0.2 μm . Bioavailability of iron was evaluated by quantifying the amorphous iron phase by citrate/ascorbate extraction: 3 g of soil was suspended in 60 mL of a $NaHCO_3$ 0.024M, $C_6H_9Na_3O_9$ 0.02M, $C_6H_8O_6$ 0.003M solution adjusted to pH 8 by N purging, shaken for 24 h, and filtrated at 0.2 μm . Metal contents were quantified by ICP-AES.

Principal component analysis (PCA) was performed using XLSTAT 2017 on various sets of the obtained data. PCA project multidimensional data cloud to subspace such as maximize the residual variance, choosing the most relevant directions (principal components) in the data (Jolliffe 2002). We chose a correlation-type PCA on standardized variables to avoid sensitivity to the scaling of the variables.

IV.6.5. Results and discussion.

IV.6.5.1. Main agronomical characteristics of the studied soils, sludge, and wastewater.

Tables 1 and 2 give the main agronomical characteristics of the soils, SS, and TWW. Regarding soils, values given in Table 1 refer to the 0-40 cm soil layer as they were calculated as the mean of the values obtained over the three sampled depths weighted by the thickness of the sampled layers. The SS contained high contents of organic carbon (SOC) and total nitrogen, with a low C/N ratio (6.4). The SS water extract showed high concentrations not only of dissolved organic carbon (WEOC) (3826 mg.L⁻¹) but also of N (mainly as nitrites and ammonium when considering the number of N atoms: 0.55 and 0.51 mmol.kg⁻¹, respectively), Ca, Mg, K, and P (Table 1). Its high SO₄²⁻ value may be related to the possible use of ferric sulfate or chlorosulfate during the wastewater treatment process, as expected due to their high solubility. The TWW brought those elements in the same relative proportions than the ones in SS water extract, but Na⁺ and Cl⁻ had relative higher values than in SS. The given values for nutrients confirm the potentially positive agronomical effect of spreading sludge or irrigating with TWW. We must ensure, however, that beneficial impacts are observed without negative consequences on soil quality parameters in order to maintain long-term high yields and environmental quality. The details of the composition of the soils depth by depth are given in Table 2.

IV.6.5.2. Granulometry and dry bulk density.

The five studied soils showed similar mineral particles size distribution (Table 1). According to the texture triangle, S-SS is loam, S-TW and S-NA are silt-loam, and S-STW and S-WR are clay loam, this variability being consistent with the natural variability of the red sand parent material. Values of dry bulk density are in the range expected for this type of soil. They remained lower in the topsoil than in depth (Table 2), indicating that the use of SS or TWW, separately or together, did not induced a collapse of the porosity of the surface horizons. Increase of the surface horizons bulk density, related to a diminution of the hydraulic conductivity, was sometimes observed after long-term TWW application (Abedie-Koupai et al. 2006). Here no infiltration problems were observed.

IV.6.5.3. Soil pH.

All soils exhibited a neutral to slightly alkaline pH (USDA 1993): pH of all samples was comprised between 6.9 and 7.7 (Table 2). With regard to the reference S-NA soil, the application of SS, TWW, and SS + TWW raised the average soil pH from 7.0 to 7.5, 7.2, and 7.6, respectively, which is slight but significant (Table 1). Most studies showed for nonacidic soils that sludge application results in a pH decrease presumably due to humic substance

decomposition or accelerated nitrification (Ahmed et al. 2010; Brallier et al. 1996). Each case, however, is dependent on the initial soil pH and the composition of the amendment. Here the high K^+ , Ca^{2+} , and Mg^{2+} basic cation input from SS and TWW combined to a low soil OM contents is likely to increase the soil alkalinity and subsequently the soil pH. In agricultural soils, pH should preferentially be between 6 and 7 because higher values, especially > 7.5 , result in reduced availability of several nutrients or micronutrients, particularly P, Fe, Mn, Cu, Zn, Co, and Ni (Jones, 2012). Here the pH observed in soils SS-amended and/or TWW-irrigated remained compatible with good soil quality and crop production.

IV.6.5.4. Cation exchange capacity CEC.

CEC values are in the range usually observed for this type of soils. They were higher in SS-amended and/or TWW-irrigated soils than in the S-NA reference soil, which can be related to the lower clay and organic matter content of the latter more than to the type of treatment: a linear adjustment using clay and POC values ($CEC = 0.77 \text{ Clay} + 2.62 \text{ POC}$) explains 82% of the CEC variance.

IV.6.5.5. Electrical conductivity EC.

The EC value for TWW indicated a good quality with regard to salinity according to Fipps (1996). The EC1:10 values in all studied soils extracts remained below $70 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$, and values were below or comparable to the values observed for the reference soil (Table 2). The corresponding EC_{SP} values were lower than $2 \text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$, indicating a low salt rank and very little chance of injury on all plants (Lamond and Whitney 1992). It was observed in several studies that sludge application induces an EC increase (Clapp et al. 1986). Here the maintenance of low EC values in SS and STW soils despite the fact that SS extract exhibited significant conductivity ($677 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$) (Table 1) indicates sufficient leaching by annual deep drainage of the soluble species brought in, especially Na^+ and Cl^- .

SAR and ESP.

Notwithstanding the fact that the TWW has a SAR around 15, all studied soils exhibited a SAR below 13 and a ESP below 15 (Table 1), indicating good soil structural conditions (US Salinity Lab Staff 1954) and confirming a sufficient leaching of Na^+ .

Table 1. Agronomic parameters for sludge, TWW and soils. Weighted average values for the 0-40 cm soil layer.

Parameter	Unit	S-SS	S-TW	S-STW	S-WR	S-NA	SS	TWW
Clay	%, w/w	17.4	21.6	36.8	30.9	12.7	#	#
Silt	%, w/w	44.9	51.3	30.1	42.8	55.8	#	#
Sand	%, w/w	37.7	27.2	33.1	26.3	31.5	#	#
ρ_d	g.cm ⁻³	1.3	1.4	1.5	1.4	1.4	#	#
CEC	meq 100g ⁻¹	15.8	11.4	19.4	19.6	9.8	38.2	#
SOC	%, w/w	2.0	1.1	1.2	4.4	0.8	22.5	#
N total	%, w/w	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	3.5	#
C/N		9.7	13.2	10.7	45.0	9.3	6.4	#
pH		7.5	7.2	7.6	7.7	7.0	8.1	7.8
EC	$\mu\text{S cm}^{-1}$	#	#	#	#	#	#	296
EC _{1:10}	$\mu\text{S cm}^{-1}$	67	27	29	33	55	677	#
EC _{SP}	$\mu\text{S cm}^{-1}$	1585	643	693	769	1296	16014	#
SAR	(mmolc L ⁻¹) ^{0.5}	1.4	1.2	2.2	1.2	3.8	4.5	15.2
ESP		2.5	1.3	1.6	1.2	5.8	8.4	#
Dissolved species in water extract for soils, SS and in TWW								
WEOC	mg kg ⁻¹	181.8	104.8	110.5	52.0	179.4	3826.0	3.8
Ca ²⁺	mg kg ⁻¹	274.1	39.4	65.8	127.6	56.4	1128.6	465.2
Mg ²⁺	mg kg ⁻¹	34.6	15.2	10.9	11.3	19.0	513.8	130.8
K ⁺	mg kg ⁻¹	321.8	217.0	130.5	32.2	47.9	1593.1	385.2
Na ⁺	mg kg ⁻¹	90.2	34.5	72.8	53.1	130.9	733.7	1439.9
Cl ⁻	mg kg ⁻¹	150.4	114.6	99.5	141.2	208.0	967.5	2061.7
F ⁻	mg kg ⁻¹	3.8	1.6	8.1	5.3	11.6	8.3	2.0
NO ₃ ⁻	mg kg ⁻¹	179.7	28.3	16.7	22.4	26.3	14.6	1.9
	mmol kg ⁻¹	3.39	0.53	0.32	0.42	0.50	0.28	0.04
NO ₂ ⁻	mg kg ⁻¹	4.8	1.4	4.8	2.3	1.8	25.4	0.0
	mmol kg ⁻¹	0.11	0.03	0.10	0.05	0.04	0.55	0.00
NH ₄ ⁺	mg kg ⁻¹	1.3	0.6	<dl	<dl	4.7	9.2	24.2
	mmol kg ⁻¹	0.07	0.03	<dl	<dl	0.26	0.51	1.34
PO ₄ ³⁻	mg kg ⁻¹	49.2	37.5	28.0	0.0	18.6	181.8	130.1
SO ₄ ²⁻	mg kg ⁻¹	450.9	107.1	156.7	48.4	24.7	3075.9	126.6

SOM.

Because soil organic matter (SOM) can be associated with different soil chemical, physical, and biological processes, it has been widely considered as one of the best soil quality indicator. The SOM impacts, among others, soil structural stability, nutrient cycling, water retention, and microorganism dynamics, which are related to SOM mineralization. Here the SOM content of the upper horizon is low (1.6%) in the S-NA reference soil, as expected for a Mediterranean soil where high temperature and low rainfall favor organic matter mineralization (Fantappiè et al. 2011). The higher value (4.0%) in the S-SS topsoil can be related to the high OM content of

the sludge, as frequently observed (Haynes and Naidu 1998; Gerzabek et al. 2001; Fernández et al. 2007; Triberti et al. 2016). The S-TW and S-STW topsoils showed intermediate values (2.2 and 2.8%, respectively). Although the S-STW soil received sludge, its lower SOM content compared to S-SS is likely related to a priming effect due to TWW-enhanced mineralization of the sludge organic matter. The high SOM content observed in the S-WR soil was directly related to cattle manure amendments. In all soils but S-WR, the C/N ratio was lower than 15, indicating a potentially good release of N during SOM decomposition process. The high C/N observed for the S-WR soil was likely related to wheat straw mixture with cattle manure.

IV.6.5.6. WEOC.

Although the WEOC is only a small percentage of SOC, it has a critical role in soils properties. It is sensitive to soil management, easily bioavailable for microorganisms and plants, and therefore a primary source of mineralizable C, N, P, and S and exhibits a rapid turnover (minutes to months) (Ćirić et al. 2016). Its greater mobility can impact the transfers of contaminants, especially heavy metals. The relationships between WEOC and SOM are given in Fig. 2. The WEOC values ranged from 49 to 215 mg.kg⁻¹, in the range of values usually observed in cultivated soils (Chantigny 2003). A positive correlation ($R^2 = 0.88$) was observed between SOM and WEOC in SS amended and/or TWW-irrigated soils. The S-NA soil points, however, were outside this correlation, indicating (1) probable differences between WEOC in S-NA and WEOC in SS amended and/or TWW-irrigated soils and (2) that the increase in SOM due to SS amendment does not increase the SOM mobility. The S-WR soil, despite high SOM contents, showed low WEOC values, confirming that the application of manure does not necessarily increase the soil WEOC (Angers et al. 2006).

IV.6.5.7. SUVA₂₅₄ index.

Positively related to humification, and the E2/E3 index, positively related to low-molecular-weight compounds, were 6.9 and 8.5, respectively, for the TWW and 0.8 and 6.0, respectively, for the SS water extract (Table 2). The SUVA₂₅₄ value was high in TWW with regard to usually observed (Michael-Kordatou et al. 2015) but in the usual range for the SS water extract (Xing et al. 2012). These values of SUVA and E2/E3, however, cannot be expected to have a significant impact on SS-amended and/or TWW-irrigated soils because of the high biological activity in the topsoil modifying the SOM after SS amendment or TWW irrigation. In the soil WEOCs, the SUVA and E2/E3 (Table 2) were in the usual range (Guigue et al. 2015). The SS-amended and/or TWW-irrigated soils showed a decrease of SUVA with depth, as frequently observed (Hassouna et al. 2010), due to a higher proportion of lignin derivative in the topsoil.

Table 2. Variation with depth of soil main characteristics.

	Depth [cm]	SOM [% w/w]	WEOC in SOC		EC		pH	CEC [cmol _c k ⁻¹]	Clay [%]	Silt [%]	Sand [%]	ρ _d [g cm ⁻³]
			% of SOC	SUVA ₂₅₄	E2/E3	[μS cm ⁻¹]						
S-SS	0-10	4.0	0.91	3.9	6.1	72.0	7.7	16.7	15.6	52.6	31.9	1.1
	10-25	3.8	0.97	3.7	6.4	71.8	7.5	16.4	13.5	48.6	37.7	1.3
	25-40	2.6	0.90	3.6	6.3	58.8	7.5	14.5	22.5	36.0	41.5	1.3
S-TW	0-10	2.2	0.71	4.6	5.9	38.7	7.3	11.8	18.6	52.8	28.5	1.3
	10-25	2.2	0.93	2.9	3.1	25.6	7.3	12.3	19.3	53.3	26.9	1.4
	25-40	1.6	1.11	2.2	2.9	21.0	7.0	10.4	25.6	47.8	26.4	1.5
S-STW	0-10	2.8	0.80	7.2	5.1	38.9	7.6	19.9	40.0	25.7	34.3	1.3
	10-25	2.2	1.12	4.7	4.2	26.4	7.5	19.7	36.7	28.3	35.1	1.6
	25-40	1.4	0.7	5.1	9.0	25.8	7.6	18.6	34.7	35.0	30.3	1.5
S-WR	0-10	8.0	0.11	6.6	6.8	34.4	7.8	19.4	31.0	46.0	23.0	1.3
	10-25	7.7	0.12	6.6	3.2	32.0	7.8	19.7	30.0	36.0	34.0	1.3
	25-40	7.3	0.12	7.5	3.6	31.8	7.5	19.5	31.0	46.0	20.0	1.4
S-NA	0-10	1.6	1.83	3.7	2.4	78.2	7.1	9.6	7.3	55.5	37.2	1.3
	10-25	1.7	1.7	5.1	2.3	65.6	7.0	10.4	7.7	60.7	34.4	1.4
	25-40	1.0	1.0	8.3	2.5	54.8	6.9	9.3	21.6	52.8	25.6	1.5
	SS			0.8	6							
	TWW			6.9	8.5							

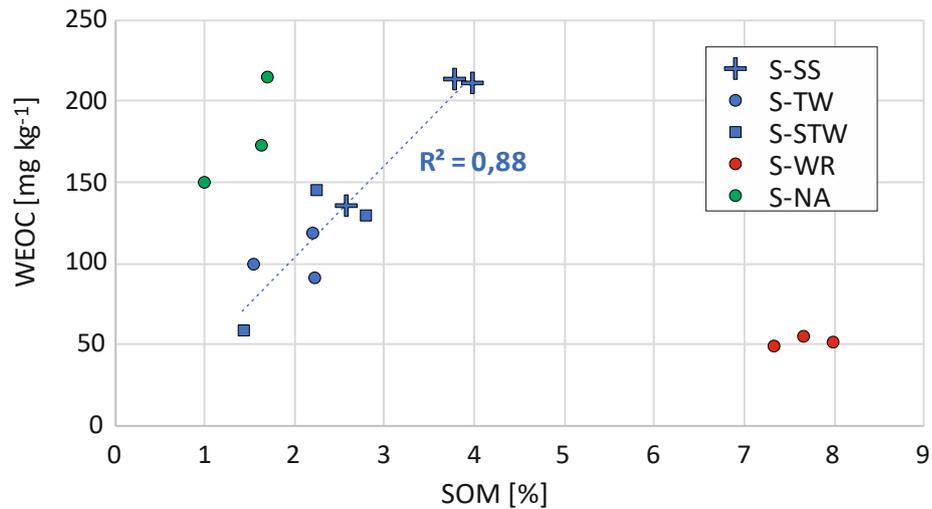


Fig. 2. Water extractible organic carbon versus soil organic matter. The regression line concerns the S-SS, S-TW and S-STW points (blue marks).

IV.6.5.8. Water extractable nutrients.

Nutrient concentration in TWW and in water extracts from SS and from the top 0-40 cm of the studied soils are given on Fig. 3. The sewage sludge had high amounts of leachable Ca²⁺, Mg²⁺, K⁺ and SO₄²⁻ and lower, but non-negligible, concentrations for the sum of nitrogen species and PO₄³⁻. The TWW brought also significant concentrations of Ca²⁺, Mg²⁺ and K⁺, but is poor in nitrogen. These characteristics are likely related to the high K⁺, SO₄²⁻ and PO₄³⁻ values observed

for the S-SS, S-TW and S-STW soils when compared to the reference S-WR and S-NA soils. The higher value of the ΣN (sum of nitrogen species) in the S-SS soil (0.2 % w/w) can also be related to N input by SS (3.5 % w/w). The lower concentrations of ΣN in the water extracts of the S-TW and S-STW soils with regard to the S-SS soil is more difficult to explain, it can be due to increased leaching of native soil organic N because of an higher hydraulic loading from the effluent irrigation (Barton et al. 2005; Belaid et al. 2012). Nitrogen species, in terms of number of N atoms, were mainly NO_2^- and NH_4^+ in SS and TWW extracts and mainly NO_3^- in soils extracts (Table 1), indicating rapid oxidation of N species in the soil, in accordance to other studies on organic-waste mineralization in soils (Odlare et al. 2011). Variations with depth of the water extractable nutrients (Fig. 4) showed that the impact of the amendments is higher in the surface horizons. In conclusion, it was proved that SS-amendment or TWW-irrigation increased the nutrients disponibility, especially regarding K and P, in accordance with previous studies with manure applied to soils (Laird 2008; Lehmann et al. 2003) or sludge from wastewater (He et al. 2001).

IV.6.5.9. Bioavailability of trace elements.

As sludge and/or TWW application resulted in a pH raise, the final pH being comprised between 7.2 and 7.7; there may be the question of the bioavailability of iron and of the trace elements that are usually poorly soluble in alkaline soils (Cu, Zn, Mn, Co, Ni) (Brallier et al. 1996; Kabata-Pendias et Pendias 2001). On the other hand, the sludge brought around 155, 370, 19, and 200 mg kg⁻¹ for Cu, Zn, Co, and Ni, respectively. The TWW brought around 14 µg.L⁻¹ of Cu, the other trace elements being below the detection limit.

Results of water and sodium acetate extractions from soil material are given on Table 3; unfortunately, Mn results were unreliable so that they are not given. The water extraction gives the element concentration likely to be found in the soil solution after a rainfall; the sodium acetate extraction gives an evaluation of the element bioavailability in the rhizosphere, where complexing compounds released by roots or associated microorganisms can solubilize adsorbed or precipitated elements (Hinsinger 1998). Here Cu and Zn were more bioavailable in the SS-amended and/or TWW-irrigated soils than in the reference S-NA soil. Concerning Ni, however, concentrations in most extracts from the SS-amended and/or TWW irrigated soils were below the detection limit and below the values found for the reference S-NA soil.

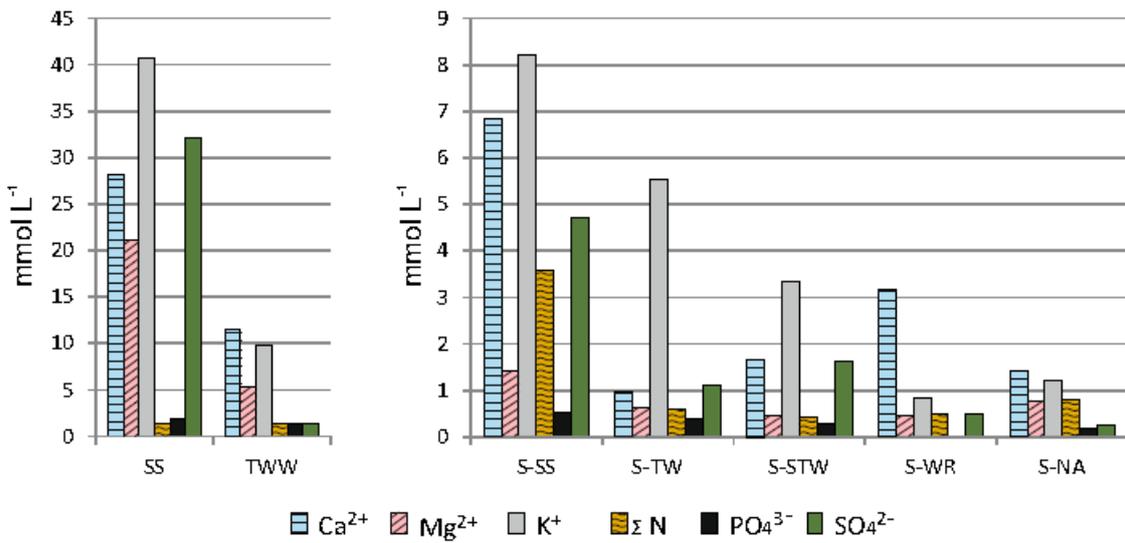


Fig. 3. Nutrients in TWW and in the water extract of SS and of the studied soils (average for the 0-40 cm topsoil).

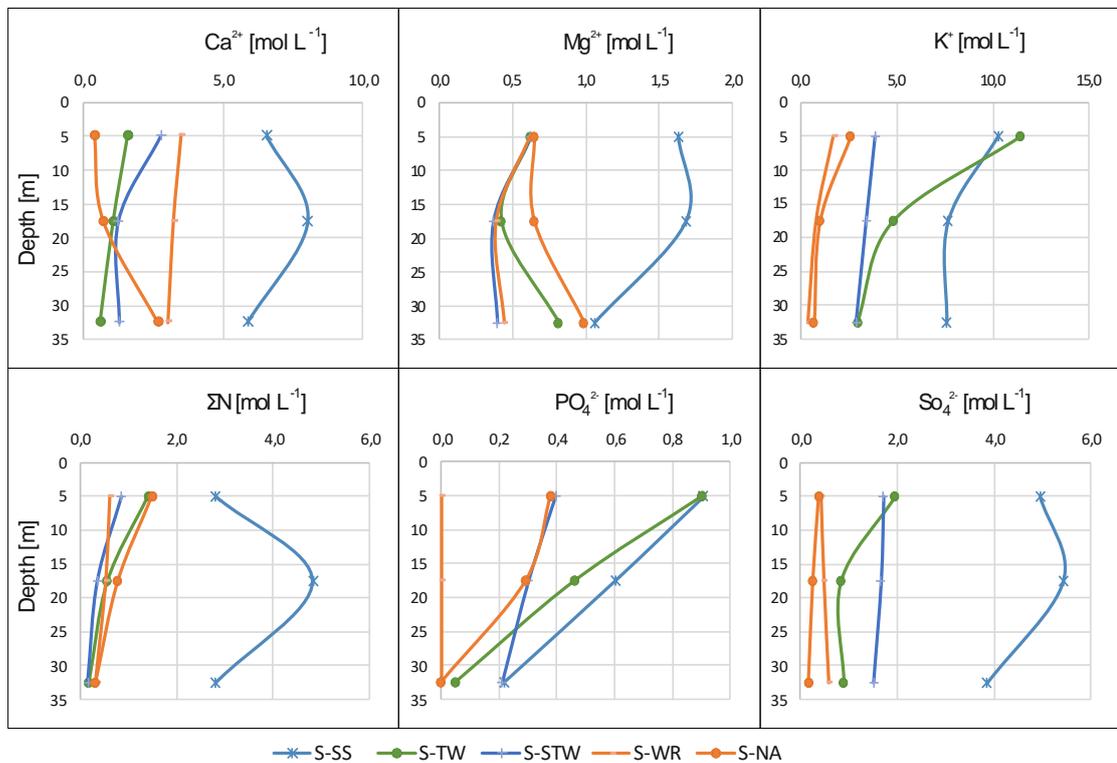


Fig. 4. Variation with depth of water extracted nutrients (cm).

Regarding iron, the amorphous solid phase is the more likely to be dissolved by complexing compounds in the rhizosphere, as usual low-weight carboxylic acids or microbial siderophore (Kraemer et al. 2006). Here the amorphous iron phase extracted by a citrate/ascorbate solution corresponded to 1633, 373, 617, and 415 mg kg⁻¹ for the S-SS, S-TW, S-STW, and S-NA soils, respectively. There was a slight diminution of the potentially bioavailable Fe in the soil that

received TWW only, but a significative increase in soil that received sludge, likely because of the iron brought by the sludge where the Fe content is usually higher than 500 mg kg⁻¹ (Sahnoun et al. 2012).

Table 3. Trace element extraction, average in the 0-40 horizons, values in mg kg⁻¹. W-ex.: water-extractable; Na-ac-ex.: sodium acetate extractable.

		S-SS	S-TW	S-STW	S-WR	S-NA
Cu	W-ex	0,39	1,03	0,76	0,14	0,41
	Na-ac-ex	2,03	10,86	4,90	0,28	0,74
Zn	W-ex	0,02	0,07	0,18	0,16	0,16
	Na-ac-ex	5,94	0,74	1,39	0,29	0,60
Co	W-ex	<dl	0,03	0,04	0,11	0,00
	Na-ac-ex	0,14	0,08	0,12	0,12	0,00
Ni	W-ex	<dl	<dl	0,03	0,07	0,06
	Na-ac-ex	<dl	<dl	<dl	<dl	0,11

IV.6.5.10. PCA

Results of the PCA are given on Fig. 5. In this representation, positive correlation between variables is the higher when the variable representative points are close together and close to the circle and negative correlation is the higher when points are opposite with regard to the circle center and close to the circle. When the variable representative points are orthogonal with regard to the circle center, they are uncorrelated. The two first factorial axes encompassed 66% of the total variance, indicating a satisfactory separation of the variables in the corresponding projection. The projection confirms and clarifies most of the conclusions given above. Water-extracted main nutrients (N, P, K, Mg) were correlated one to another, and their weight on the first axis was driven by the SS-amended and/or TWW-irrigated soils, overall their upper horizons. There was no relationship between these parameters and SOC and CEC, which were more driven by the specificity of the S-WR and S-NA soils. There was no correlation between water-extracted main nutrient and water-extracted Na and Cl, confirming the sufficient leaching of salt in SS-amended and/ or TWW-irrigated soils. The negative correlation between water-extracted main nutrients and density confirmed the negligible effect of the inputs on soil compaction.

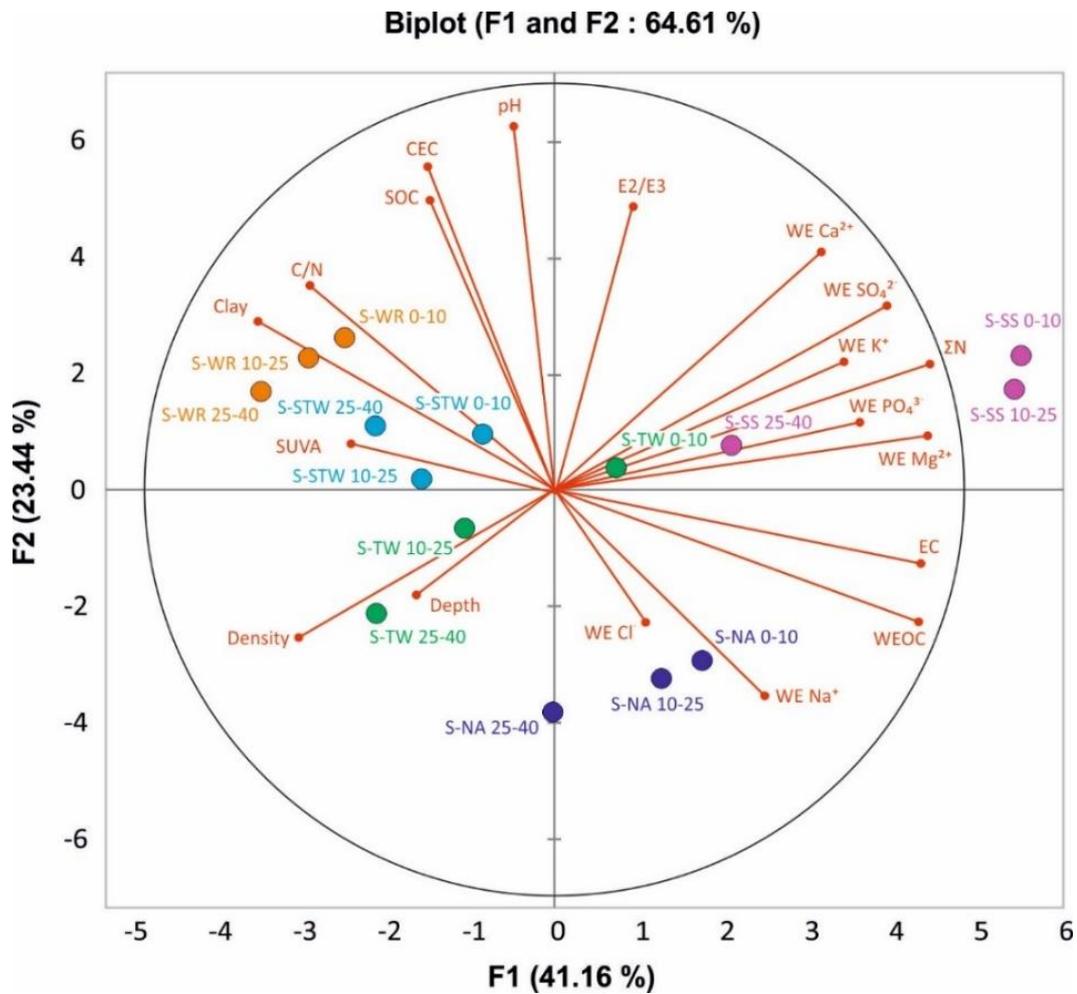


Fig. 5. PCA correlation circle, variables (small red circles) and samples (large circles). Percent on each factorial axis gives the explained variance. WE: water extractible.

IV.6.6. Conclusion

On Mediterranean areas that have been submitted for more than 10 years to irregular and relatively poorly controlled TWW irrigation and SS amendments, the agronomic quality of the soils has not decreased. Both SS amendment and TWW irrigation increased the nutrients amounts and availability, without altering other soil quality parameters such as CEC, salinity, SAR, ESP, SOM content, or SOM C/N ratio. Soil permeability and trace element bioavailability remained also satisfactory. SOM and total N were higher in soils that received SS only, likely because no priming effect or leaching. These observations highlight the potential benefits of application of wastewater and sewage sludge for improving the agronomical properties of the soils, even without quite restrictive procedures. From an environmental point of view, however, a potential contamination of soils with heavy metals needs to be evaluated; it will be the subject of a second part of this study.

IV.6.7. Acknowledgments

We thank the Algerian Ministry of High Education and Scientific Research (MESRS) and the Mouloud Mammeri University for the doctoral scholarship and facilities that allowed this work.

IV.6.8. References

- Abedie-Koupai J, Mostafazadeh-Fard B, Afyuni M, Bagheri MR (2006) Effect of treated wastewater on soil chemical and physical properties in an arid region. *Plant Soil Environ* 52:335-344. <https://doi.org/10.17221/3450-PSE>
- Ahmed HK, Fawy HA, Abdel-Hady ES (2010) Study of sewage sludge use in agriculture and its effect on plant and soil. *Agr Biol J N Am* 1:1044–1049. <https://doi.org/10.5251/abjna.2010.1.5.1044.1049>
- Angers DA, Chantigny MH, Rochette P, Gagon B (2006) Dynamics of soil water-extractable organic C following application of dairy cattle manures. *Can J Soil Sci* 86:851–858 <https://doi.org/10.4141/S05-092>
- Barton L, Schipper LA (2005) Land application of domestic effluent onto four soil types: plant uptake and nutrient leaching. *J Environ Qual* 34:635–643. <https://doi.org/10.2134/jeq2005.0635>
- Belaid N, Catherine N, Monem K, Tarek A, Abdelmoneim A, Michel B (2012) Long term effects of treated wastewater irrigation on calcisol fertility: A case study of Sfax-Tunisia. *Agricultural Science* 3:702–713. <https://doi.org/10.4236/as.2012.35085>
- Benmouffouk A (1994) Caractérisation et valorisation agricole des boues résiduelles de Draa Ben Khedda (Algérie). *Cah Agric* 3:295–299. <http://revues.cirad.fr/index.php/cahiers-agricultures/article/view/29849/29609>
- Brallier S, Harrison RB, Henry CL, Dongsen X (1996) Liming effects on availability of Cd, Cu, Ni and Zn in a soil amended with sewage sludge 16 years previously. *Wat Air Soil Poll* 86:195–206. <https://doi.org/10.1007/BF00279156>
- Chantigny MH (2003) Dissolved and water-extractable organic matter in soils: a review on the influence of land use and management practices. *Geoderma* 113:357–380. [https://doi.org/10.1016/S0016-7061\(02\)00370-1](https://doi.org/10.1016/S0016-7061(02)00370-1)
- Ćirić V, Belić M, Nešić L, Šeremešić S, Pejić B, Bezdan A, Manojlović M (2016) The sensitivity of water extractable soil organic carbon fractions to land use in three soil types. *Arch Agron Soil Sci* 62:1654–1664. <https://doi.org/10.1080/03650340.2016.1165345>
- Clapp CE, Stark SA, Clay DE, Larson WE (1986) Sewage Sludge Organic Matter and Soil Properties. *Dev Plant Soil Sci* 25:209–253. https://doi.org/10.1007/978-94-009-4426-8_10

- Delibacak A, Okur EA, Ogun R (2009) Influence of treated sewage sludge applications on temporal variations of plant nutrients and heavy metals in a typical Xerofluent soil. *Nutr Cycl Agroecosyst* 83:249–257. <https://doi.org/10.1007/s10705-008-9215-x>
- Elifantz H, Kautsky L, Mor-Yosef M, Tarchitzky J, Bar-Tal A, Chen YN, Minz D (2011) Microbial activity and organic matter dynamics during 4 years of irrigation with treated wastewater. *Microb Ecol* 62:973–981. <https://doi.org/10.1007/s00248-011-9867-y>
- Fantappiè M, L'Abate G, Costantini EAC (2011) The influence of climate change on the soil organic carbon content in Italy from 1961 to 2008. *Geomorph* 135:343–352. <https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2011.02.006>
- Fernández JM, Plaza C, Hernández D, Polo A (2007) Carbon mineralization in an arid soil amended with thermally-dried and composted sewage sludges. *Geoderma* 137:497–503. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2006.10.013>
- Fipps G (1996) Irrigation water quality standards and salinity management strategies. Texas Agricultural Extension Service B-1667, Texas A&M University System, College Station
- Fytily D, Zabaniotou A (2008) Utilization of sewage sludge in EU application of old and new methods – A review. *Renew Sustain Energ Rev* 12:116–140. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2006.05.014>
- Gerzabek MH, Haberhauer G, Kirchmann H (2001) Soil organic matter pools and carbon-13 natural abundances in particle-size fractions of a long-term agricultural field experiment receiving organic amendments. *Soil Sci Soc Am J* 65:352–358. [doi:10.2136/sssaj2001.652352x](https://doi.org/10.2136/sssaj2001.652352x)
- Guigue J, Lévêque J, Mathieu O, Schmitt-Kopplin P, Lucio M, Arrouays D, Jolivet C, Dequiedt S, Chemidlin Prévost-Bouré N, Ranjard L (2015) Water-extractable organic matter linked to soil physico-chemistry and microbiology at the regional scale. *Soil Biol Biochem* 84:158–167. <https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2015.02.016>
- Halliwell DJ, Barlow KM, Nash DM (2001) A review of the effects of wastewater sodium on soil physical properties and their implications for irrigation systems. *Austr J Soil Res* 39:1259–1267. <https://doi.org/10.1071/SR00047>
- Hannachi A, Gharzouli R, Djellouli Tabet Y (2014) Gestion et valorisation des eaux usées en Algérie. *Larhyss J* 19:51–62.
- Hassouna M, Massiani C, Dudal Y, Pech N, Theraulaz F (2010) Changes in water extractable organic matter (WEOM) in a calcareous soil under field conditions with time and soil depth. *Geoderma* 155:75–85. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2009.11.026>

- Haynes R J, Naidu R (1998) Influence of lime, fertilizer and manure applications on soil organic matter content and soil physical conditions: a review. *Nutr Cycl Agroecosyst* 51:123–137. <https://doi.org/10.1023/A:1009738307837>
- He Y, DeSutter TM, Hopkins DG, Wysocki DA, Clay DE (2015) Relationship between 1:5 soil/water and saturated paste extract sodium adsorption ratios by three extraction methods. *Soil Sci Soc Am J* 79:681–687. <https://doi.org/10.2136/sssaj2014.09.0384>
- Hinsinger P (1998) How do plant roots acquire mineral nutrients? Chemical processes involved in the rhizosphere. *Adv Agron* 64:225–265. [https://doi.org/10.1016/S0065-2113\(08\)60506-4](https://doi.org/10.1016/S0065-2113(08)60506-4)
- Hussain I, Raschid L, Hanjra MA, Marikar F, van der Hoek W (2002) Wastewater use in agriculture: review of impacts and methodological issues in valuing impacts. Working Paper 37, International Water Management Institute, Colombo
- Igoud S (2001) Valorisation des Boues Résiduaires Issues des Stations d’Epuración Urbaines par leur Epannage dans les Plantations Forestières. *Rev Energ Ren : Production et Valorisation – Biomasse*, 69–74.
- Jolliffe IT (2002) Principal component analysis. 2nd ed, Springer-Verlag, New York
- Jones JB (2012) Plant Nutrition and Soil Fertility Manual. 2nd ed, CRC Press, Boca Raton
- Kabata-Pendias A, Pendias H (2001) Trace elements in soils and plants. 3rd ed, CRC Press, Boca Raton
- Kraemer SM, Crowley DE, Kretschmar R (2006). Geochemical aspect of phytosiderophore-promoted iron acquisition by plants. *Adv Agron* 91:1–46. [https://doi.org/10.1016/S0065-2113\(06\)91001-3](https://doi.org/10.1016/S0065-2113(06)91001-3)
- Laird DA (2008) The Charcoal Vision: a win–win–win scenario for simultaneously producing bioenergy, permanently sequestering carbon, while improving soil and water quality. *Agron J* 100:178–181. <https://doi.org/10.2134/agronj2007.0161>
- Lamond R, Whitney DA (1992) Management of saline and sodic soils. Department of Agronomy MF-1022, Kansas State University, Mahattan
- Lehmann J, da Silva JP Jr, Steiner C, Nehls T, Zech W, Glaser B (2003) Nutrient availability and leaching in an archaeological Anthrosol and a Ferralsol of the Central Amazon basin: fertilizer, manure and charcoal amendments. *Plant Soil* 249:343–357. <https://doi.org/10.1023/A:1022833116184>
- Michael-Kordatou I, Michael C, Duan X, He X, Dionysiou DD, Mills MA, Fatta-Kassinou D (2015) Dissolved effluent organic matter: Characteristics and potential implications in

- wastewater treatment and reuse applications. *Water Res* 77:213–248.
<https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.03.011>
- Mtshali JS, Tiruneh AT, Fadiran AO (2014) Characterization of sewage sludge generated from wastewater treatment plants in Swaziland in relation to agricultural uses. *Resour Environ* 4:190–199. <https://doi.org/10.5923/j.re.20140404.02>
- Pastor L, Cathalot C, Deflandre B, Viollier E, Soetaert K, Meysman FJR, Ulses C., Metzger E., Rabouille, C (2011) Modeling biogeochemical processes in sediments from the Rhône River prodelta area (NW Mediterranean Sea. *Biogeosciences* 8: 1351-1366.
<https://doi.org/10.5194/bg-8-1351-2011>
- Pedrero F, Kalavrouziotis I, Alarcón JJ, Koukoulakis P, Asano T (2010) Use of treated municipal wastewater in irrigated agriculture – Review of some practices in Spain and Greece. *Agric Water Manag* 97:1233–1241. <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2010.03.003>
- Pereira LS, Oweis T, Zairi A (2002) Irrigation management under water scarcity. *Agric Water Manag* 57:175–206. [https://doi.org/10.1016/S0378-3774\(02\)00075-6](https://doi.org/10.1016/S0378-3774(02)00075-6)
- Peuravuori J, Pihlaja K (1997) Molecular size distribution and spectroscopic properties of aquatic humic substances. *Anal Chim Acta* 337:133–149. [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(96\)00412-6](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(96)00412-6)
- Qadir M, Wichelns D, Raschid-Sally L, McCornick PG, Drechsel P, Bahri A, Minhas PS (2010) The challenges of wastewater irrigation in developing countries. *Agric Water Manag* 97:561–568. <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2008.11.004>
- Ramdani N, Hamou A, Lousdad A, Al-Douri Y (2015) Physicochemical characterization of sewage sludge and green waste for agricultural utilization. *Environ Technol* 36:1594–1604. <https://doi.org/10.1080/09593330.2014.998716>
- Rehman K, Ashraf S, Rashid U, Ibrahim M, Hina S, Iftikhar T, Ramzan S (2013) Comparison of proximate and heavy metal contents of vegetables grown with fresh and wastewater. *Pak J Bot* 45:391–400.
- Roca-Pérez L, Martínez C, Marcilla P, Boluda R (2009) Composting rice straw with sewage sludge and compost effects on the soil–plant system. *Chemosphere* 76:781–787.
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2008.12.058>
- Sahnoun AY, Tidjani AEB, Iddou A (2012) Comparative study of the characteristics of three types of sludge from wastewater treatment plant. *Energ Procedia* 18:99–109.
<https://doi.org/10.1016/j.egypro.2012.05.022>
- Singh RP, Agrawal M (2008) Potential benefits and risks of land application of sewage sludge. *Waste Manag* 28:347–358. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2006.12.010>

- de Souza ER, de Melo HF, de Almeida BG, de Melo DVM (2013) Comparação de métodos de extração da solução do solo. *Rev Bras Eng Agri Ambiental* 17:510–517.
<http://www.agriambi.com.br/revista/v17n05/v17n05a07.pdf>
- Stevens DP, McLaughlin MJ, Smart MK (2003) Effects of long-term irrigation with reclaimed water on soils of the Northern Adelaide Plains, South Australia. *Austr J Soil Res* 41:933–948. <https://doi.org/10.1071/SR02049>
- Tarchouna LG, Merdy P, Raynaud M, Pfeifer HR, Lucas Y (2010) Effects of long-term irrigation with treated wastewater Part I: Evolution of soil physico-chemical properties. *Appl Geochem* 25:1703–1710. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2010.08.018>
- Triberti L, Nastro A, Baldoni G (2016) Long-term effects of crop rotation, manure and mineral fertilisation on carbon sequestration and soil fertility. *Eur J Agron* 74:47–55. <https://doi.org/10.1016/j.eja.2015.11.024>
- USDA (1993) Soil survey manual Soil Conservation Service. USDA Handbook 18, Government Printing Office, Washington DC
- US Salinity Lab Staff (1954) Diagnosis and Improvement of Saline and Alkali Soils. USDA Handbook 60, Government Printing Office, Washington DC
- Warman PR, Termeer WC (2005) Evaluation of sewage sludge, septic waste and sludge compost applications to corn and forage: yields, and N, P and K content of crops and soils. *Biores Technol* 96:955–961. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2004.08.003>
- Weishaar JL, Aiken GR, Bergamaschi BA, Fram MS, Fujii R, Mopper K (2003) Evaluation of Specific Ultraviolet Absorbance as an Indicator of the Chemical Composition and Reactivity of Dissolved Organic Carbon. *Env Sci Technol* 37: 4702-4708.
<https://doi.org/10.1021/es030360x>
- Xing M, Li X, Yang J, Huang Z, Lu Y (2012) Changes in the chemical characteristics of water-extracted organic matter from vermicomposting of sewage sludge and cow dung. *J Hazard Mat* 205-206:24–31. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.11.070>



CONCLUSION GENERALE & PERSPECTIVES

**Impacts à long terme de boues résiduaires et d'eaux usées épurées
urbaine sur les sols agricoles:
Paramètres agronomiques, concentrations et spéciations
des éléments traces métalliques**

V. Conclusion Générale et Perspectives

Les eaux usées et les boues résiduaires urbaines constituent une alternative attrayante en agriculture. L'objectif de ce travail était de faire sortir les effets sur les propriétés des sols après une longue période d'application de la boue résiduaire et des eaux usées épurées urbaines.

Les parcelles agricoles étudiées à Boumerdes ont été amendées avec la boue et irriguées aux EUE sans contrôle rigoureux des doses et des fréquences des apports. La conduite culturale de la vigne et les propriétés semblables des sols des parcelles ont permis une comparaison crédible entre les apports considérés. Le dosage des paramètres agronomiques, de la concentration et la spéciation des ETM, ont bien montré la variabilité des effets en fonction de la nature et de la composition de l'apport au sol.

La boue résiduaire urbaine, issue d'un processus d'épuration biologique, est composée d'une teneur élevée en carbone organique dissout (3,8g/l) et particulaire (22,5%), d'où l'intérêt qu'elle pourrait constituer en tant qu'amendement organique des sols agricoles. Les extraits à l'eau indiquent des quantités appréciables d'azote ammoniacal et nitrique, et d'autres éléments majeurs et secondaires tels que K^+ , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , Ca^{2+} et Mg^{2+} . Les EUE disposent, elles aussi, des éléments sus-cités dans des proportions relativement similaires, mais le Na^+ et le Cl^- sont à des concentrations plus importantes. Ces caractéristiques sont exprimées dans le sol amendé à la boue et le sol irrigué à l'EUE, par des concentrations élevées de K^+ , PO_4^{3-} et de SO_4^{2-} comparativement au sol témoin et au sol irrigué à l'eau de rivière.

Les modalités d'apport de boue et des EUE (seules ou associées), n'ont pas engendré de contraintes liées au pH ou à la CEC. Le SAR et l'ESP demeurent satisfaisants et au-dessous respectivement de 13 et 15. Les valeurs de densité apparente et de conductivité électrique témoignent de conditions physiques (d'infiltration et de drainage) satisfaisantes. Le risque de salinisation, tant redouté dans le cas d'utilisation des eaux non-conventionnelles, est quasiment écarté. Ainsi, la valorisation agricole de la boue et des EUE urbaines issues de la Step de Boumerdes est intéressante pour la reconstitution de la réserve en nutriments et développe et des *caractéristiques agronomiques* satisfaisantes des sols agricoles.

Le dosage des éléments traces métalliques (ETM), dans les EUE, la boue et les sols agricoles, nous a permis d'évaluer les effets à caractère environnemental induit par la filière de valorisation agricole des effluents des Step urbaines.

Les concentrations des ETM dans les EUE, étaient inférieures à la limite de détection, excepté le Cu qui a été détecté à $14\mu g.l^{-1}$. Ceci implique que le procédé d'épuration biologique a piégé la totalité de la charge en ETM drainée par les eaux usées brutes dans la boue, comme il a été

bien montré les résultats d'analyses. La comparaison de la composition de la boue à la norme AFNor 44-041, a relevée des concentrations de Cu, de Pb, de Cd et de Zn correspondantes à 15% de leurs valeurs seuils. Par contre, le Cr était à 50% et le Ni est nettement supérieur au seuil retenu de 200 mg.kg^{-1} .

L'épandage de la boue seule sur le sol S-SS a engendré une accumulation 30 à 50% pour le Co, le Cr, le Ni, le Pb et le Zn ; alors qu'elle atteint 71% pour le Cu par rapport à la norme. L'application simultanée de la boue et des EUE sur le sol S-STW, s'est accompagnée d'un effet additionnel d'accumulation des métaux tels que le Cu, le Co, le Ni, le Cr et le Pb. Cette modalité a présenté une contrainte environnementale supplémentaire.

Les concentrations en ETM sont très faibles dans les EUE, mais leur application a induit une importante contamination du sol, particulièrement pour le Cd, le Cu et le Ti. Les EUE (appliquées seules ou associées à la boue) ont engendré, une forte contamination en Cu (122 et 150 mg.kg^{-1}), équivalente à 7 fois celle du sol témoin (S-NA) et largement supérieure à la norme. Les teneurs mesurées du Co ($9,6 \text{ mg.kg}^{-1}$), du Cr ($42,5 \text{ mg.kg}^{-1}$), du Ni ($20,1 \text{ mg.kg}^{-1}$), du Pb ($28,3 \text{ mg.kg}^{-1}$), et du Zn ($46,3 \text{ mg.kg}^{-1}$) représentent 30 à 50% de plus que la teneur du sol témoin, mais demeurent inférieures aux valeurs de la norme. Par contre les teneurs observées sur le sol irrigué à l'eau de rivière, montrent une contamination supérieure à celle de la boue et des EUE, avec des teneurs totales supérieures pour les métaux tels que le Co (45 mg.kg^{-1}), Cr (109 mg.kg^{-1}), Ni (42 mg.kg^{-1}), et le Zn (101 mg.kg^{-1}).

Les résultats de l'extraction séquentielle, nous ont permis de conclure que les ETM disposent d'un ordre d'affinité, aux fractions porteuses de métaux dans le sol, assez stable et identique à ce qui est observé sur le sol témoin. Cependant, des variations de spéciation étaient enregistrées pour le Cu et le Pb sous forme de déplacement de cette affinité de la fraction réductible (F-red) à la fraction résiduelle (F-res).

Pour les ETM tels que le Ni, le Cr, le Co et le Zn, l'ordre d'affinité aux fractions porteuses dans le sol est identique, il est sous la forme : F-res > F-red > F-oxi > F-ac \approx F-wat. Les proportions portées par les fractions acido-soluble (F-ac) et hydrosoluble (F-wat) ont été souvent faibles (<5%); alors que les fractions oxydable (F-oxi) et réductible (F-red) peuvent cumuler 10 à 50% de la teneur totale.

L'affinité aux matières organiques des sols (MOS) est peu variable, la F-oxi représente 6 à 13% de la teneur totale. Le Cd, le Cu, le Ni et le Co ont présenté la meilleure complexation avec les MOS après les apports de boue. Par contre, leurs proportions sur les oxydes de Fe et de Mn sont différentes : la teneur totale du Ni est portée à près de 20% (soit $4,4 \text{ mg.kg}^{-1}$), le Co à près de

40% (soit 5,2 mg.kg⁻¹), alors que le Cd et le Cu ont atteint respectivement 60% (soit 42 mg.kg⁻¹) et 67% (soit 0,09 mg.kg⁻¹). Ces quantités de métaux sont considérées potentiellement biodisponible dans les sols agricoles.

Le Cu et le Zn sont les deux ETM présentant la meilleure affinité avec la F-wat et la F-ac. Ces fractions représentent près 5 % (soit 1 à 6 mg.kg⁻¹) de la teneur totale, c'est une proportion faible, mais ces formes chimiques sont très réactives et biodisponible dans le sol. Par ailleurs, la spéciation du Zn sur le sol amendé à la boue a montré que près de 50% (soit 51 mg.kg⁻¹) de sa teneur totale est portée par les fractions F-wat, F-ac, F-red et F-oxi. Sur les autres sols le Zn a adopté une spéciation réduisant les 4 fractions à moins de 30% (soit 10 à 20 mg.kg⁻¹). Un déplacement semblable a été observé pour le Cu, dans le cas du sol irrigué à l'eau de rivière (S-WR) où les 4 fractions ont été réduites à près de 30% (soit 9 mg.kg⁻¹).

Le classement obtenu des sols, selon le facteur de contamination individuel (FCI) et le facteur de contamination global (FCG), montre que l'irrigation avec les EUE présente un fort risque environnemental, exprimé par un FCI-**cuivre** de 4,23. Les quantités de Cu potentiellement biodisponibles, dans la couche de 0 à 40cm, sont très importantes et équivalentes à 122 et 87 mg.kg⁻¹ respectivement sur le sol irrigué aux EUE (S-TW) et le sol associant la boue et les EUE (S-STW).

Les applications de la boue et des eaux de rivières ont engendré des accumulations d'Ag sur les sols, atteignant respectivement 0,4 et 2,3 mg.kg⁻¹, des teneurs totales inférieures à celles du sol témoin; ce qui suppose la présence d'autres sources de contamination tels que les traitements phytosanitaires. L'extraction séquentielle montre que l'Ag dans le sol est porté seulement par trois fractions : la F-red, F-oxi et F-res, impliquant une forte biodisponibilité de l'Ag dans les sols et des effets possibles de phytoxicité sous forme d'AgNO₃.

La contamination en Titane est importante suite à l'application de la boue et des EUE, mais sa forte affinité avec la F-res (soit 99% de la teneur totale) fait que sa proportion biodisponible est faible (0,3 à 8 mg.kg⁻¹).

L'analyse des propriétés des sols agricoles soumis à des apports de boues et d'eaux usées d'origines urbaines à Boumerdes, constitue une phase cruciale pour le développement de modèles de leurs valorisations en agriculture. Le contrôle en amont aussi bien dans le sol que dans les boues et les eaux, des concentrations en nutriments et en ETM, est indispensable. Ces deux leviers sont des instruments efficaces d'aide à la décision pour évoluer dans une approche durable d'utilisation des terres et de préservation de la qualité des sols et des eaux.

Les résultats acquis méritent d'être complétés par une détermination des polluants organiques (Phthalates et Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques) et des tests agronomiques. Il serait intéressant d'évaluer la toxicité en fonction des fréquences et des doses adoptées, de mettre en évidence les effets de la fraction biodisponible des ETM, mais aussi d'élucider le devenir de la fraction retenue par les matières organiques dans le cadre des changements climatiques globaux (répartition et acidification des pluies, élévation des températures, activité de la biomasse). La connaissance des facteurs impliqués dans la phytoabsorption doit être envisagée comme contribution à la phytoremédiation et la végétalisation des sites pollués.

D'un point de vue pratique, des restrictions doivent être définies sur les modalités d'application des boues et des eaux usées en agriculture : la caractérisation des parcelles, les distances d'isolement ; les doses et fréquences ; les valeurs seuils et les délais avant récolte.

D'autres perspectives d'études à portée nationale sont envisageables pour toucher l'ensemble des étages bioclimatiques, notamment sur la qualité des sols, des boues et des eaux usées, en tenant compte des volets concentration, distribution des éléments métalliques et bilans comparatifs selon les types d'utilisations des terres (agricoles, forestière) et élargir l'échelle d'observation à tout le profil pédologique pour statuer sur les possibilités de transfert des éléments aux horizons profonds et aux nappes phréatiques.

VI. Références Bibliographiques

- Abdul Hameed M. Jawad Alobaidy, Mukheled A. Al-Sameraiy, Abass J. Kadhem, Athmar Abdul Majeed., 2010. Evaluation of Treated Municipal Wastewater Quality for Irrigation Journal of Environmental Protection, 1, 216-225.
- Abiven, S., 2004. Relations entre caractéristiques des matières organiques apportées, dynamique de leur décomposition et évolution de la stabilité structurale du sol. Thèse de doctorat de l'ENSAR: 262p.
- Achour, F., 2008. Caractérisation de la matière organique dans les ordures ménagères. Recherche d'indicateurs de stabilité. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (France), 175p.
- ADEME., 1999. Situation du recyclage agricole des boues d'épuration urbaines en Europe et dans divers pays du monde. 159p.
- Adriano, D.C., 2001. Trace Elements in Terrestrial Environments: Biogeochemistry, Bioavailability and Risk Assessments. 2nd Edt, Springer-Verlag, Berlin.
- Adriano, D. C.: 1986, Trace Elements in the Terrestrial Environment, 1st ed., Springer-Verlag, New York, p. 421.
- Ahmad M.S.A., Hussain M. Saddiq R., Alvi A.K., 2007. Mungbean: A nickel indicator, accumulator or excluder. Bull. Environ. Contam. Toxicol. 78:319–329.
- Ahumada, I., Escudero, P., Carrasco M.A., Castillo, G., Ascar L., and Fuentes, E., 2004. Use of sequential extraction to assess the influence of sewage sludge amendment on metal mobility in Chilean soils The Royal Society of chemistry. J. Environ. Monit. 6:327-334.
- Allen, H.E., 1993. The significance of trace metal speciation for water, sediment and soil quality criteria and standards. Science of the Total Environment N°sup/93:23-45.
- Alloway B. J., 1995. Heavy metals in soils. Blackie academic and professional, London. 368 p.
- Alloway B.J. and Ayres D.C., 1993. Chemical principles of environmental pollution, Chapman & Hall, London, ISBN 0 75140 013 0, 291pp.
- Alloway B.J., Zhang P., Mott C., Chambers B.J., Nicholson F.A., Smith S., Carlton-Smith C., Andrews A.J., 2000. The vulnerability of soils to pollution by heavy metals. Final Report for MAFF Contract SP0127. London: MAFF.
- Almas, A., Singh, B.R., Salbu, B., 1999. Mobility of cadmium-109 and zinc-65 in soil influenced by equilibration time, temperature, and organic matter. Journal of Environmental Quality 28, 1742-1750.
- Amir S, Hafidi M, Merlina G, Revel JC. 2005. Sequential extraction of heavy metals during composting of sewage sludge. Chemosphere 2005; 59: 801–10
- Anderson, C.W.N., Brooks, R.R., Chiarucci, A., LaCoste, C.J., Leblanc, M., Robinson, B.H., Simcocke, R., Stewart, R.B., 1999. Phytomining for nickel, thallium and gold.
- Annabi, M., 2005. Stabilisation de la structure d'un sol limoneux par des apports de composts d'origine urbaine: relation avec les caractéristiques de leur matière organique. Thèse de Doctorat- INA - Paris-Grignon. 269p.
- Antoniadis V. 2008, Sewage sludge application and soil properties effects on short-term zinc leaching in soil columns. Water Air Soil Poll, 190, 35-43.
- Artinger R., Buckau G., Geyer S., Fritz P., Wolf M. and Kim J., 2000. Characterization of groundwater humic substances: influence of sedimentary organic carbon. Appl. Geochem., 15, 97-116.
- Assadian N.W., Esparza L.C., Fenn L.B., Ali A.S., Miyamoto S., Figueroa U.V., and Warrick, A.W., 1998. Spatial variability of heavy metals in irrigated alfalfa fields in the upper Rio Grande River Basin, Agric. Water Manage. 36, 141-156.
- ATSDR, 2004. Toxicological profile for cobalt. Agency for Toxic Substances and Disease Registry, Atlanta, GA: US. Department of Health and Human Services. <http://www.atsdr.cdc.gov>

- Auffan, M., Pedeutour, M., Rose, J., Masion, A., Ziarelli, F., Borschneck, D., Chaneac, C., Botta, C., Chaurand, P., Labille, J., And Bottero, J.Y., 2010. Structural Degradation at the Surface of a TiO₂-Based Nanomaterial Used in Cosmetics. *Environ. Sci. Technol.* 44, 2689–2694
- Ayers, R.S., Westcot, D.W., 1985. *Water Quality for Agriculture*. FAO Irrigation and Drainage Paper 29 (Rev. 1). Food and Agriculture Organization, Rome, Italy, 174p.
- Baize D., Saby N., Deslais W., 2007. Teneurs en huit éléments traces (Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn) dans les sols agricoles en France - Résultats d'un collecte de données à l'échelon national. ADEME - Gis Sol - INRA. 86 p.
- Baize, D. 1997. *Teneur totales en éléments traces métalliques des sols (France)*, éd., INRA, Paris.
- Bagnouls, F., et Gausson, H., 1953. Saison sèche et indice xérothermique. *Bull. Soc. Hist. Nat. De Toulouse*, 88, 193-240.
- Barona, A., Arangniz I., and Elias A. 1999. Assessment of metal extraction, distribution and contamination in surface soils by a 3-step sequential extraction procedure. *Chemosphere*, Vol. 39, 11, 1911-1922.
- Bassirani, N., Abolhassani, M., Galavi, M., 2011. Distribution of available micronutrients as related to the soil characteristics of Hissar; Haryana (India). *African Journal of Agricultural Research* 6 (18):4239-4242.
- Basta N.T., Ryan J.A., Chaney R.L., 2005. Trace element chemistry in residual-treated soil: key concepts and metal bioavailability. *J Environ Qual* 34(1): 49–63.
- Belfroid, A.C., Sijm, D.T.H.M., van Gestel, C.A.M., 1996. Bioavailability and toxicokinetics of hydrophobic aromatic compounds in benthic and terrestrial invertebrates. *Environ. Rev.* 4, 276–299.
- Balesdent, J. 1996. Un point sur l'évolution des réserves organiques des sols de France. *Etude et Gestion des sols* 3 (4): 245-260.
- Belaid, N., Neel, C., Kallel, M., Ayoub, T., Ayadi, A., Baudu, M., 2012. Long term effects of treated wastewater irrigation on calcisol fertility: A case study of Sfax-Tunisia. *Agricultural Sciences* Vol.3, No.5, 702-713. <http://dx.doi.org/10.4236/as.2012.35085>
- Benmouffouk A., (1994). Caractérisation et valorisation agricole des boues résiduaire de Draa Ben Khedda (Algérie). *Cahiers Agricultures*, 3: 295-299
- Berdai, H., Benchokroun T., El Hamouri, B., 2004. Epuration Et Réutilisation Des Eaux Usées A Des Fins Agricoles (Expérience Ouarzazate). *Revue H.T.E.* N° 129 - Juin 2004.
- Bisson M, Diderich R, Houeix N, Hulot C, Lacroix G, Lefevre JP, Leveque S, Magaud H, Morin A, Pepin G, Pichard A., 2011. Cadmium et ses dérivés. Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances chimiques – INERIS.
- Bisson M., Houeix N., Gay G., Jolibois B., Lacroix G., Lefevre JP., Magaud H., Morin A., Tissot, S., 2006. Nickel et ses dérivés. Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances chimiques - INERIS–DRC- 71p.
- BNEDER. 2004. Rapport sur l'Etude de mise en valeur des potentialités des communes dans le cadre du développement rural de proximité. Wilaya de Boumerdes ; année 2004, 87p.
- Bougrier, C., 2005. *Optimisation du Procédé de Méthanisation par Mise en Place d'un Co-Traitement: Application au Gisement de Biogaz Représenté par les Boues d'Epuration des Eaux Usées*, Thèse de doctorat, INSA Toulouse, 2005.
- Bouneau, M. et Souchier, B., 1994. *Pédologie2 : Constituants et propriétés du sol*, Ed. Masson, Paris. 665p
- Buffle, J., 1988. *Complexation reaction in aquatic systems: an analytical approach*. Ellis Horwood, Chichester.

- Cabaret, J., Geerts, S., Madeline, M., Ballandonne, C., Barbier, D., 2002. The use of urban sewage sludge on pastures: the cysticercosis threat. *Vet. Res.* 33, 575-597.
- Cecchi, M., Dumat, C., Alric, A., Felix-Faure, B., Pradère P., Guiresse M., 2008. Multi-metal contamination of a calcic cambisol by fallout from a lead-recycling plant. *Geoderma*, 144 (1–2):287–298.
- Chamayou, H. et Legros, J.P., 1989. Les bases physiques, chimiques et minéralogiques de la science du sol. Ed. Agence de Coopération Culturelle et Technique. INBN 92 9028 148 9. 587p.
- Chang, A.C., Warneke, J., and Lund, A.L, 1984. Accumulation of heavy metals in sewage sludge-treated soils. *J. Environ. Qual.*, 13(1) : 87-91.
- Chassande C., Merillot J.M. et Wiart J., 2000. Les boues d'épuration municipales et leur utilisation en agriculture. Dossier ADEME, Angers.
- Chassin P., Baize D., Cambier Ph., et Sterckeman T., 1996. Les éléments traces métalliques et la qualité des sols, Impacts à moyen et à long terme. *Etude et Gestion des Sols* : 3, 4, 1996.
- Chemlal N. 1983. Etude paléomorphologique et hydrogéologique de la vallée du bas Isser (Algérie). Doct. 3eme Cycle Géologie Appliquée. Université Scientifique et Médicale de Grenoble. p233.
- Chen T., Zhou Z., Xu S., Wang H., Lu W., 2015. Adsorption behavior comparison of trivalent and hexavalent chromium on biochar derived from municipal sludge. *Bioresource Technology* 190, 388–394.
- Chen, M., Li, X., Yang, Q., Zeng, G., Zhang, Y., Liao, D., Liu, J., Hu, J., Guo, L., 2008. Total concentrations and speciation of heavy metals in municipal sludge from Changsha, Zhuzhou and Xiangtan in middle-south region of China. *Journal of Hazardous Materials* 160: 324-329.
- Chien, S-W.C. Huang, C.C. Wang, M.C., 2003. Analytical and spectroscopic characteristic of refuse compost-derived humic substances. *Int. J. Appl. Sci. Eng.* 1, 1, 62-71.
- Choukr-Allah, R., et Aghai, O., 1991. Impact de l'irrigation par les eaux usées épurées sur la productivité d'une culture de tomate de plein champ, la salinité du sol et le bilan d'azote, in plant salinity research, new challenges, (ed.) I.A.V. Hassan II and ISESCO, Morocco.
- CIRCA, (Communication and Information Resource Centre Administrator), 2009. (http://circa.europa.eu/Public/irc/env/rev_sewage/library).
- Cluzeau D., Garnier-Zarly E., Lavelle P., Blanchart E., Peres G., Ablain F., Cuendet G., Fayolle L., 2005. Chapitre 17 Faune du sol et Lombriciens dans les sols tempérés agricoles. In Girard M.C., Walter C., Remy J.C., Berthelin J., Morel J.L., 2005. *Sols et Environnement*. Dunod (Ed.) 816p.
- Colle C., Roussel-Debet S. et Réal J. 1996. Transferts du radiocobalt en milieu terrestre. *Radioprotection*, 31(3): 43-354.
- Cornu, S., Deschatrettes, V., Salvador-Blanes, S., Clozel, B., Hardy, M., Branchut, S., Le Forestier, L., 2005. Trace element accumulation in Mn-Fe-oxide nodules of a planosolic horizon. *Geoderma*, 125: 211-224.
- Couturier, C. and Galtier, L., 1999. Etat des connaissances sur le devenir des germes pathogènes et des micropolluants au cours de la méthanisation des déchets et des sous-produits organiques, ADEME, 98 p.
- Cristaldi A., Conti, G.O., Jho, E.H., Zuccarello P., Grasso, A., Copat, C., Ferrante, M., 2017. Phytoremediation of contaminated soils by heavy metals and PAHs. A brief review. *Environmental Technology & Innovation* 8, 309–326.
- Directive 1999/31/CE du Conseil du 26 avril 1999 concernant la mise en décharge des déchets.
- Darrah, P.R., 1993. The Rhizosphere and plant nutrition: A Quantity Approach. *Plant and Soil*, 155/156, 1-20.
- DEGREMENT, 1989. Mémento technique de l'eau, 9ème éd, 591 p.

- Delibacak, A., Okur, E.A. and Ogun, R. 2009. Influence of treated sewage sludge applications on temporal variations of plant nutrients and heavy metals in a typical Xerofluent soil. *Nutr Cycl Agroecosyst.* 83:249–257.
- Dudley, L. M., B. L. McNeal, and J. E. Baham. 1986. Time dependent changes in soluble organics, copper, nickel, and zinc from sludge amended soils. *J. Environ. Qual.* 15:188-192. 10.
- Duchaufour Ph., 1997. Abrégé pédologie, sol, végétation, environnement, 5^{ème} éd., Masson, Paris.
- Dudka S., Piotrowska M., Chlopecka A. 1993. Forms of chromium and nickel in soils. In: Chromium, Nickel and Aluminum in the Environment: Ecological and Analytical Problem, ed. A. Kabata-Pendias, 15–22.
- ECOLOGIC & IEEP, 2009. Report on the implementation of the sewage sludge directive 86/278/EEC, 40p.
- Elifantz, H., Kautsky, L., Mor-Yosef, M., Tarchitzky, J., Bar-Tal, A., Chen, Y.N. Minz, D. 2011. Microbial activity and organic matter dynamics during 4 years of irrigation with treated wastewater. *Microb. Ecol.*, 62, 973–981.
- Elissalde N., 1994 - Les germes pathogènes dans les boues résiduelles des stations d'épuration urbaines. Ed. ADEME, Coll. Connaître pour agir, Paris. 88p.
- Elliott, H.A., Liberati, M.R., Huang, C.P., 1986. Competitive adsorption of heavy metals by soils. *J. Environ. Qual.* 15, 214– 219.
- Ensink, J.H.J., van der Hoek, W., et Simmons Robert, W. 2008. “Livelihoods from Wastewater: Water Reuse in Faisala- bad, Pakistan,” IWA Publishing, London, 2008, pp. 387- 400.
- Esteban, R. I., and de Miguel, E.O., 2008. Present and Future of Wastewater Reuse in Spain. *Desalination: Vol. 218, (1-3), 105-119.*
- Faby J.A., Brissaud F., 1997. L'utilisation des eaux usées épurées en irrigation. Office International de l'Eau, 76p.
- FAO, 2003, L'irrigation avec des eaux usées traitées : Manuel d'utilisation. 73p.
- Fernández JM, Plaza C, Hernández D, Polo A. 2007. Carbon mineralization in an arid soil amended with thermally-dried and composted sewage sludges. *Geoderma* 137:497–503.
- Fernandes, H.M. 1997. Heavy metal distribution in sediments and ecological risk assessment: the role of diagenetic processes in reducing metal toxicity in bottom sediments. *Environ, Pollut.*, 97(3), 317-325 (1997).
- Fendorf, S.E., 1995. Surface reactions of chromium in soils and waters. *Geoderma*, 67, 55-71.
- Filgueiras, A.V., Lavilla, I. and Bendicho, C., 2002. Chemical sequential extraction for metal partitioning in environmental solid samples. *J. Environ. Monit.*, 4, 823-857.
- Frieldel, J.K., Langer, T., Siebe, C., Stahr, K. 2000. Effects of long-term waste water irrigation on soil organic matter, soil microbial etist activities in central Mexico. *Biology and Fertility of Soils*, 31, pp. 414-421.
- Fuentes, A., Llorens, M., Saez, J., Soler, A., Aguilar, M.I., Ortuño, J.F., Meseguer, V.F., 2004. Simple and sequential extractions of heavy metals from different sewage sludges. *Chemosphere.* 54, 1039-1047.
- Gatta, G., Libutti, A., Gagliardi, A., Beneduce, L., Brusetti, L., Borruso, L., Disciglio, G., Tarantino, E., 2015. Treated agro-industrial wastewater irrigation of tomato crop: effects on qualitative/quantitative characteristics of production and microbiological properties of the soil. *Agric. Water Manage.* 149,33-43.
- Gavalda, D., 2001. Devenir des éléments traces métalliques dans les boughènes (luvi-redoxisol) après épandage de boues granulées. Thèse de doctorat, INP-ENSAT, 258p.

- Gerzabek MH, Haberhauer G, Kirchmann H. 2001. Soil organic matter pools and carbon-13 natural abundances in particle-size fractions of a long-term agricultural field experiment receiving organic amendments. *Soil Sci Soc Am J* 65:352–358.
- Gigliotti G., Giusquiani P. L., et Businelli D., 2001. A long-term chemical and infrared spectroscopy study on a soil amended with municipal sewage sludge. *Agronomie*, 21, 169-178.
- Giroux, M., Chassé, R., Deschênes, L., et Côté, D., 2005. Étude sur les teneurs, la distribution et la mobilité du cuivre et du zinc dans un sol fertilisé à long terme avec des lisiers de porcs. *Agrosol* 16 (01): 23-32.
- Giusquiani P.L., Gigliotti G., Businelli D., 1992. Mobility of heavy metals in urban waste-amended soils. *J. Environ. Qual.* 21:330-5.
- Gleyzes C., Tellier S., Astruc M., 2002. Fractionation studies of trace elements in contaminated soils and sediments: a review of sequential extraction procedures trends in analytical chemistry, vol. 21,451-467.
- Glaus M.A., Hummel W. et Van Loon L.R. 2000. Trace metal-humate interactions. I. Experimental determination of conditional stability constants. *Appl Geochem*, 15,7 : 953-973.
- Guettier P. Iwema A, Magnan J. P., Mathian R., Raby D., Vachon A., Vidou P., 1994. L'assainissement des agglomérations : techniques d'épuration actuelles et évolutions. *Etude Inter-Agences* 27, p170.
- Guigue, J., Mathieu, O., Lévêque S., Mounier, S., Lafont, R., Maron, P.A., Navarro, N., Château, C., Amiotte-Suchet, P., Lucas, Y., 2014. A comparison of extraction procedures for water-extractable organic matter in soils. *European Journal of Soil Science*: 65, 520-530.
- Gupta S. K., T. Herren, K. Wenger, R. Krebs, and T. Hari. 2000. "In situ gentle remediation measures for heavy metal-polluted soils, in *Phytoremediation of Contaminated Soil and Water*", N. Terry and G. Bañuelos, Lewis Publishers, Boca Raton, Fla, USA, 303–322, 2000.
- Halitim A., 1988- Sol des régions arides d'Algérie. O.P.U., Alger, 141p
- Hamilton, E.I. 1994. The geobiochemistry of cobalt. *The Science of the Total Environment*. 150: 7-39.
- Hannachi, A., Gharzouli, R., Djellouli, Tabet Y., 2014. Gestion et valorisation des eaux usées en Algérie. *Larhyss Journal*, 19, 51-62.
- Harmsen J, Rulkens W., Eijsackers H., 2005. Bioavailability: concept for understanding or tool for predicting? *Land Contamination & Reclamation* : 13, 161-171.
- Hartani, T., 2004. La réutilisation des eaux usées en irrigation : cas de la Mitidja en Algérie. *Projet INCO-WADEMED. Actes du Séminaire Modernisation de l'Agriculture Irriguée Rabat*, du 19 au 23 avril 2004.
- Hassouna, M., Massiani, C., Dudal, Y., Pech, N., Theraulaz, F., 2010. Changes in water extractable organic matter (WEOM) in a calcareous soil under field conditions with time and soil depth. *Geoderma* 155, 75-85.
- Haynes R J, Naidu R (1998) Influence of lime, fertilizer and manure applications on soil organic matter content and soil physical conditions: a review. *Nutr Cycl Agroecosyst* 51:123–137.
- Hirose K., 2006. Chemical Speciation of Trace Metals in Seawater: a Review, *Analytical Sciences*, 22, 1055-1063.
- IFEN, (Institut Français de l'Environnement), 2001. « Plus de 60% des boues d'épuration municipales ont été épandues en 1999 sur 2% des sols agricoles » *Données de l'environnement n°63-Fév, 2001*, 4p.
- Igoud S., 2001. Valorisation des Boues Résiduelles Issues des Stations d'Épuration Urbaines par leur Épandage dans les Plantations Forestières. *Rev. Energ. Ren. : Production et Valorisation – Biomasse*, 69-74.
- ITAFV. 2003 : Etude sectorielle de l'arboriculture fruitière et de la viticulture en Algérie (30p).

- Jiménez B. et. Asano T., 2008. "International Survey on Water Reuse," International Water Association Publishing, London, 2008.
- Juste C, Catroux G, 1980 Intérêt agronomique des boues résiduaires et conditions préalables à leur utilisation. In : Séminaire EAS Utilisation agricole des boues provenant des stations d'épuration, Bâle, 1980/09/24-26, 1-24.
- Juste, C., 1988. Appréciation de la mobilité et de la biodisponibilité des éléments traces du sol. *Science du sol* 26, 103-112.
- Kabata-Pendias, A., 2011. Trace elements in soils and plants. 4th ed. CRC Press Taylor & Francis Group. 405p.
- Kaiser, K., Guggenberger, G., 2000. The role of DOM sorption to mineral surfaces in the preservation of organic matter in soils. *Org. Geochem.* 31, 711–725.
- Kalbitz, K., Schmerwitz, J., Schwesig, D., and Matzner, E., 2003. Biodegradation of soil-derived dissolved organic matter as related to its properties. *Geoderma* 113, 273-291.
- Kalbitz, K., Schwesig, D., Rethemeyer, J., and Matzner, E., 2005. Stabilization of dissolved organic matter by sorption to the mineral soil. *Soil Biology & Biochemistry* 37, 1319-1331.
- Kalbitz, K., Solinger, S., Park, J.-H., Michalzik, B., Matzner, E., 2000. Controls on the dynamics of dissolved organic matter in soils: a review. *Soil Sci.* 165, 277-304.
- Kang, K.H., Shin, H.S., Parka, H., 2002. Characterization of humic substances present in landfill leachates with different landfill ages and its implications. *Water Research* 36 : 4023-4032.
- Katerji, N., van Hoorn, J.W., Hamdy, A., Mastrorilli, M. 2003. Salinity effect on crop development and yield, analysis of salt tolerance according to several classification methods. *Agricultural water management* 62 (2003) 37-66.
- Kehila, Y., 2014. Report on the Solid Waste Management in Algeria. The regional solid waste exchange of information and expertise network in Mashreq and Maghreb countries. Publied by giz: deutsche Gesellschaft für international Zusammenarbeit (GIZ) GmbH
- Kissira M., 2004. - L'agriculture dans l'économie nationale. DSASI : Direction des Services Agricoles et des Systèmes d'Information. MADR. 48p.
- Kribaa, M., V. Hallaire, P. Curmi and R. Lahmar, 2001. Effect of various cultivation methods on the structure and hydraulic properties of a soil in a semi-arid climate. *Soil Till. Res.* 60: 43-53.
- Kwiatkowska-Malina, J., 2017. Functions of organic matter in polluted soils: The effect of organic amendments on phytoavailability of heavy. *Applied Soil Ecology*. In Press.
- Labille, J. Feng, J., Botta, C., Borschneck, D., Sammut, M., Cabie, M., Auffan, M., Rose, J., Bottero J. Y., 2010. Aging of TiO₂ nanocomposites used in sunscreen. Dispersion and fate of the degradation products in aqueous environment. *Environmental Pollution* 158, 3482-3489.
- Laborga F., Gorriz M.P., Bolea E., Castillo J.R., 2007. Mobilization and speciation of chromium in compost: A methodological approach. *Sci. Total Environ.* 373:383–390.
- Lado, M., Bar-Tal, A., Azenkot, A., Assouline, S., Ravina, I., Erner, Y., Fine, P., Dasberg, S., Ben-Hur, M., 2012. Changes in Chemical Properties of Semiarid Soils under Long-Term Secondary Treated Wastewater Irrigation. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 76, 1358-1369.
- Lagier T., Feuillade, G., Matejka, G., 2000. Interaction between copper and organic macromolecules: determination of conditional complexation constants. *Agronomie*, 20, 537-546.
- Lahmar, R. et Ruellan, A. 2007. Dégradation des sols et stratégies coopératives en Méditerranée : la pression sur les ressources naturelles et les stratégies de développement durable. *Cahiers Agricultures*. 16 (4), 318-23.
- Ladjal, F. et Abbou, S. 2016. Perspectives de valorisation agricole et énergétique des boues issues des STEP en Algérie. Journée d'étude Ministère des Ressources en Eau. Alger 03 Février 2016.

- Lanno R., Wells J., Conder J., Bradham K., et Bastae N. 2004. The bioavailability of chemicals in soil for earthworms. *Ecotoxicology and Environmental Safety* 57: 39-47.
- Lasheen M.R., Ammar. N.S. 2009. Assessment of metals speciation in sewage sludge and stabilized sludge from different Wastewater Treatment Plants, Greater Cairo, Egypt. *Journal of Hazardous Materials*. 164: 740-749.
- Lazarova V. et Brissaud F., 2007. Intérêt, bénéfices et contraintes de la réutilisation des eaux usées en France, L'eau, l'industrie, les nuisances N° 299.
- Leblanc, M., Achard, B., Personne, J.Ch., 1995. Arsenic-rich bacterial mats from acidic mine waters (Carnoulès, France). In: (Eds) Pasava, J., Kribek, B., Zak, K. *Mineral Deposits: from their origin to their environmental impacts*. Rotterdam, pp 127-130.
- Legret, M., Le Marc, C., et Demare, D., 1997. Pollution des eaux de ruissellement de chaussées autoroutières. L'AutoRoute A11 près de Nantes. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées* 211, 101-115.
- Lena Q. Ma., Gade N. Rao., 1997. Chemical Fractionation of Cadmium, Copper, Nickel, and Zinc in Contaminated Soils. *J. Environ. Qual.* 26:259-264.
- Libutti, A., Gatta, G., Gagliardi, A., Vergine, P., Pollice, A., Beneduce, L., Disciglio, G., Tarantino, M., 2018. Agro-industrial wastewater reuse for irrigation of a vegetable crop succession under Mediterranean conditions. *Agricultural Water Management* 196: 1-14.
- Logan E.M., Pulford I.D., Cook G.T., Mackenzie A.B., 1997. Complexation of Cu^{2+} and Pb^{2+} by peat and humic acid. *Eurasian J. Soil Sci.* 48:685-696.
- Lynch, J.M. 1990. *The Rhizosphere*. John Wiley & Sons, Ltd, New York. 458p.
- Ma, L.Q. and Rao, G.N., 1997. Chemical Fractionation of Cadmium, Copper, Nickel, and Zinc in Contaminated Soils. *J. Environ. Qual.*, 26, 259-264.
- Marquenie-van, W., Ernst, W.H.O., Faber, J. 1981. 'Complexing Agents in Soil Organic Matter as Factors in Heavy Metal Toxicity in Plants', *Heavy Metals in the Environment Proceedings, International Conference, Amsterdam, The Netherlands, 15-18 September 1981*, 222p.
- Marschner, B., Brodowski, S., Dreves, A., Gleixner, G., Gude, A., Grootes, P.M., Hamer, U., Heim, A., Jandl, G., Ji, R., Kaiser, K., Kalbitz, K., Kramer, C., Leinweber, P., Rethemeyer, J., Schäffer, A., Schmidt, M.W.I., Schwark, L., & Wiesenberger, G.L.B., 2008. How relevant is recalcitrance for the stabilization of organic matter in soils? *Journal of Plant Nutrition and Soil Science* 171, 91-110.
- Mathieu C., et Pieltain F., 2003. *Analyses chimiques des sols méthodes choisies*. Tec et Doc, Lavoisier ; Paris. 387p.
- McKnight, D. M., Boyer E.W., Westerhoff P.K., Doran P.T., Kulbe T., Andersen T. (2001) Spectrofluorometric characterization of dissolved organic matter for indication of precursor organic material and aromaticity. *Limnol. Oceanogr.*, 46 (1), 2001, 38-48.
- McGrath, S.P., 1987. Long-term studies of metal transfers following application of sewage sludge. In: P.J. Coughtrey, M.H. Martin and M.H. Unsworth (Eds), *Pollutant, Transport and Fate in Ecosystems*. Blackwell Scientific Publications, Oxford, pp. 301-317.
- Medkour M., 2003. Réutilisation des eaux usées épurées. Séminaire sur le secteur de l'eau en Algérie. Ministère des Ressources en eau. 12 p.
- Merdy P., Frapart Y., Guillon E., Aplicourt M., 2002. Iron and Manganese surface complex formation. Part 2: radical magnetic interaction with transition metal in a soil organic matter. *New J. Chem.*, 29(3), 577-582.
- Merdy P., Tarchouna Gharbi L., Milori D.M.P., Ribeiro R.A.S., Lucas Y., 2009. A new method using laser induced fluorescence quenching for studying metal complexes in the solid state applied to CrIII, CuII and PbII in sandy soils. *Geoderma* 150 : 179-187.
- Miquel G., 2001. Rapport sur les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé, rapport No 261 de l'Office Parlementaire d'évaluation des choix scientifiques et technologiques, 366p.

- Morel J. L., 1977. Contribution à l'étude de l'évolution des boues résiduares dans le sol. Thèse Univ. Nancy I. 117p.
- MRE., 2012. Ministère des Ressources en Eau, Algérie, 2012.
- Mtshali, J.M., Tiruneh, A.T., Fadiran, A.O., 2014. Characterization of Sewage Sludge Generated from Wastewater Treatment Plants in Swaziland in Relation to Agricultural Uses. *Resources and Environment*. 4 (4): 190-199.
- Mulchandani, A., and Westerhoff, P., 2016. Recovery opportunities for metals and energy from sewage sludges. *Bioresource Technology* 215, 215-226.
- Mullen, M. D., Wolf, D.C., Beveridge, T. J., and Bailey, G. W., 1992. Sorption of heavy metals by the soil fungi *aspergillus niger* and *mucor rouxii*. *Soil Biol. Biochem.* Vol. 24, No. 2, pp. 129-135.
- Murtaza, G.; Ghafoor, A.; Qadir, M.; Owens, G.; Aziz, M.A.; Zia, M.H.; Saifullah., 2010. Disposal and use of sewage on agricultural lands in Pakistan: A review. *Pedosphere* 20, 23-34.
- Naidu R., Semple K.T., Megharaj M., Juhasz A.L., Bolan N.S., Gupta S., Clothier B., Schulin R., Chaney R., 2008. Bioavailability, definition, assessment and implications for risk assessment, in: Naidu et al. (Ed.), *Chemical Bioavailability in Terrestrial Environment*, Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, 2008, pp. 39-52, ISBN: 978-0-444-52.
- Nicholson F.A., Smith S.R., Alloway B.J., Carlton-Smith C., Chambers B.J., 2003. An inventory of heavy metals inputs to agricultural soils in England and Wales. *The Science of the Total Environment* 311, 205-219.
- OFEFP (Office fédéral de l'environnement, des forêts et du paysage), 2004. Élimination des boues d'épuration en Suisse Recensement des quantités et des capacités. *Documents Environnement* n° 181, 47p.
- Olaniran, A.O. Balgobird, A. Pillay, B. 2013. Bioavailability of heavy metals in soil: Impact on microbial biodegradation of organic compounds and possible improvement strategies, *Int. J. Mol. Sci.* 14, 10197-10228.
- OMS., 1989. L'utilisation des eaux usées en agriculture et aquiculture : recommandation a visées sanitaires. Organisation Mondiale de la Santé, Genève.
- ONA, 2016. Bilan d'Exploitation de l'Année 2016. www.ona.dz.org
- ONA, 2015. Bilan d'Exploitation de l'Année 2015. www.ona.dz.org
- ONAS., 2013. Office National de l'Assainissement, Tunisie. Rapport annuel 2013, www.onas.nat.tn.
- Oze, C., Fendorf, S., Bird, D.K., Coleman, R.G., 2004. Chromium geochemistry in serpentinized ultramafic rocks and serpentine soils from the Franciscan complex of California. *Amer. J. of Sci.*, 304, 67-101.
- Pandeya S. B., Singh A.K., and Jha P., 1998. Labile pool of Cadmium in sludge treated soils. *Plant-Soil* 203, 1-13.
- Papaiacovou I., 2001, Case study- wastewater reuse in Limassol as an alternative water source, *Desalination* 138, 55-59.
- Parkin, T. B., 1987. Soil microsites as a source of denitrification variability. *Soil Science Society of America Journal*, 51, 1194-1199.
- Paterson, E., Osler, G., Dawson, L.A., Gebbing, T., Sim, A., and Ord, B., 2008. Labile and recalcitrant plant fractions are utilized by distinct microbial communities in soil: Independent of the presence of roots and mycorrhizal fungi. *Soil Biology & Biochemistry* 40, 1103-1113.
- Paul, E., Rols, J.L. and Debellefontaine, H., 1999. Perspectives de recherche et d'innovation pour une réduction de la production des boues urbaines, Journée technique : station d'épuration comment maîtriser à la source la qualité et la quantité des boues, INSA, Toulouse (France).

- Pay, D., Christopher, A.S., Raschid, S.L., Mark, R., et Akiça, B. 2010. "Wastewater Irrigation and Health; Assessing and Mitigating Risk in Low-Income Countries," In: *Non- Pathogenic Trade-Offs of Wastewater Irrigation*, Earthscan, London, 2010, pp. 101-126.
- Peijnenburg, W.J.G.M., Posthuma L., Eijsackers, H.J.P., et Allen, H.E. 1997. A conceptual framework for implementation of bioavailability of metals for environmental management purposes. *Ecotoxicology and Environmental Safety* 37, 163-172.
- Pereira, L.S.; Oweis, T.; Zairi, A., 2002. Irrigation management under water scarcity. *Agric. Water Manag.* 57: 175-206.
- Perin G, Fabris R, Manente S, Wagener A R, Hamacher C., Scotto S. 1997. A five-year study on the heavy metal pollution of Guanabara Bay sediments (Rio De Janeiro, Brazil) and evaluation of the metal bioavailability by means of geochemical speciation. *Water Research*, 31: 3017–3028.
- Peuravori, J., Pihlaja, K., 1997. Molecular size distribution and spectroscopic properties of aquatic humic substances. *Anal. Chim. Acta* 337, 133-149.
- Pommel, B., and Lasserre, M., 1982. Aptitude de plusieurs déchets urbains à fournir du phosphore aux cultures. *Agronomie* 2: 851-857.
- Qadir, M., Sharma, B.R. Bruggeman, A. Choukr-Allah, R., Karajeh, F., 2007. Non-conventional water resources and opportunities for water augmentation to achieve food security in water scarce countries. *Agricultural water management* 87: 2-22.
- Quevauviller, p., Rauret, G., Muntau, H., Ure, AM., Rubio, R., Lopez-Sanchez, J.F., Fiedler, H.D., Griepink, B., 1994. Evaluation of a sequential extractable trace contents in sediments. *J. Anal. Chem.* 349, 808.
- Rehman, K., Ashraf, S., Rashid, U., Ibrahim, M., Hina, S., Iftikhar, T., et Ramzan, S., 2013. Comparison of proximate and heavy metal contents of vegetables grown with fresh and wastewater. *Pak. J. Bot.* 2013, 45, 391-400.
- Rémy, J.C., Marin-Lafèche A., 1974. L'analyse de terre : réalisation d'un programme d'interprétation automatique. *Ann. Agron*, 25: 607-632.
- Ross, S. M., 1994. *Toxic metals in soil-plant system*, Wiley & Sons Chichester. 469 pp.
- Sahlström, L., Aspan, A., Bagge, E., Tham, M. L., Albiñ, A., 2004. Bacterial pathogen incidences in sludge from Swedish sewage treatment plants. *Water Research*, 38, 1989-1994.
- Rudd T. 1987. Scope of the problem. Chapter 1, pp. 1-29. In: Lester JN, editor. *Heavy metals in wastewater and sludge treatment processes. Volume I Sources, analysis, and legislation*. Boca Raton, Florida: CRC Press.
- Sarazin M., Alexandre C., et Thomas T., 2000. Influence des apports en oligoéléments, protéines, lipides, glucides et vitamines sur le métabolisme osseux, *Revue du Rhumatisme*, 67, 486-497.
- Sauvé S, McBride M.B., Norvell W.A., Hendershot W.H., 1997. Copper solubility and speciation of in situ contaminated soils: Effects of copper level, pH and organic matter. *Water Air and Soil Pollution* 100, 133-149.
- Scancar J., Milacic R., Strazar M., Burica O., Bukovec P., 2001. Environmentally safe sewage sludge disposal: The impact of liming on the behavior of Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, and Zn. 2001. *J. Environ. Monit.* 3, 226-231.
- Seleem E.G, Mahmoud S.R, et Mohamed. M.Y., 2011. Extraction of certain heavy metals from sewage sludge using different types of acids. *Biokemistri* Vol. 23, No. 1, March 31, 2011, 41-48.
- Senesi N. 1990. Molecular and quantitative aspects of the chemistry of fulvic acid and its interactions with metal ions and organic chemicals: Part II. The fluorescence spectroscopy approach. *Analytica Chimica Acta* 232, 77-106.
- Shanker A. K., Cervantes C., Loza-Taverac H., Avudainayagam S., 2005. Chromium toxicity in plants. *Environment International* 31, 739-753.

- Sharma, R.P., Singh, M., Sharma, J.P. 2003. Correlation studies on micronutrients vis-à-vis soil properties in some soils of Nagaur district in semi-arid region of Rajasthan. *Journal of the Indian Society of Soil Science* 51(4):522-527.
- Seltzer, Ph. 1946. *Le Climat de l'Algérie*. IMPG. Université d'Alger. Eds Carbonel, Alger, 219p.
- Shuman L.M., Dudka S. and Das K. 2001. Zinc Forms and Plant Availability in a Compost Amended Soil. *Water Air Soil Pollut.* 2001, 128, 1.
- Siebielec G, Chaney RL, Kukier U. 2007. Liming to remediate Ni contaminated soils with diverse properties and a wide range of Ni concentration. *Plant Soil* 299(1-2):117-130.
- Sigg L., Stumm W., Behra P. 1992. *Chimie des milieux aquatiques*, Eds Masson, Paris, 391p.
- Singh, R.P., et Agrawal M. 2008. Potential benefits and risks of land application of sewage sludge. *Waste management*, 28(2), 347-358.
- Sipos, P., Nemeth, T., Mohai, I., Dodony, I. 2005. Effect of soil composition on adsorption of lead as reflected by a study on a natural forest soil profile. *Geoderma*, 363-374.
- Six J., Elliott E.T., Paustian K., et Doran J. W. 1998. Aggregation and Soil Organic Matter Accumulation in Cultivated and Native Grassland Soils *Soil Science Society of America journal* 62, 1367-1377.
- Solís, C., Andrade, E., Mireles, A., Reyes-Solís, I.E., García-Calderón, N., Lagunas-Solar, M.C., Piña, C.U., Flocchini, R.G. 2005. Distribution of heavy metals in plants cultivated with wastewater irrigated soils during different periods of time. *Nuclear instruments & methods in physics research*, 1, pp. 351-355.
- Sommers, L.E., 1977. Chemical composition of sewage sludges and analysis of their potential use as fertilizers. *J. Environ. Qual.* 6: 225-232.
- Sposito G., Lund L., Chang A., 1982. Trace metal chemistry in arid-zone field soils amended with sewage sludge: I. Fractionation of Ni, Cu, Zn, Cd, and Pb in solid phases. *Soil Science Society of America Journal*, 46: 260-264
- Stevenson, F.J., 1994. *Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reactions*. 2nd edition John Wiley and Sons. New York. 512p.
- Stewart p. 1969. Quotient pluviométrique et dégradation biosphérique. *Bull Soc Hist Nat Afri Nord* 1969; 59:23-36.
- Su, D.C., Wong, J.W., 2003. Chemical speciation and phytoavailability of Zn, Cu, Ni and Cd in soil amended with fly ash-stabilized sewage sludge. *Environ. Int.* 1060, 1-6.
- Sutton, R., Sposito, G., 2005. Molecular structure in soil humic substances: The new view. *Environ. Sci.*
- Tarchouna, L.G., Merdy, P., Raynaud, M., Pfeifer, H.R., Lucas Y., 2010. Effects of long-term irrigation with treated wastewater. Part I: Evolution of soil physico-chemical properties. *Applied Geochemistry*, 25(11), 1703-1710.
- Tagami K. and Uchida S. 1998. Aging effect on bioavailability of Mn, Co, Zn and Tc in Japanese agricultural soils under waterlogged conditions. *Geoderma*, 84, 1-3: 3-13.
- Temminghoff, E.J.M., Van Der Zee, S.E.A.T.M., Dehaan, F.A.M., 1997. Copper mobility in a copper-contaminated sandy soil as affected by pH and solid and dissolved organic matter. *Environmental Science and Technology*, 31, 1109-1115.
- Templeton D.M., Ariese F., Cornelis R., Danielsson L.G., Muntau H., Van Leeuwen H.P., Lobinski R., (2000). Guidelines of terms related to chemical speciation and fonctionation of elements. Definitions, structural aspect and methodological approaches. *Pure Appl. Chem.* 72 (8) 1453-1470.
- Tessier, A., Campell, P. and Bisson, M., 1979. Sequential extractions procedure for the speciation of particulate trace metals. *Analytical Chemistry* 51, 844-851.
- Toze S., 2006. Reuse of effluent water-benefits and risks; *Agricultural Water Management* 80, 147-159.
- Trably, E., 2002. Etude et optimisation de la biodégradation d'Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs) et de Polychlorobiphényles (PCBs) au cours de la digestion anaérobie et aérobie de boues urbaines contaminées, *Génie des procédés*, Université Montpellier II, Montpellier, 280 p.

- Triberti L, Nastri A, Baldoni G. 2016. Long-term effects of crop rotation, manure and mineral fertilisation on carbon sequestration and soil fertility. *Eur J Agron* 74:47–55.
- Tsadilas C.D. Matsi T., Barbayiannis N., Dimoyiannis D., 1995. *Commun. Soils Sci. Plant Anal.*, 26, 2603-2619.
- USDA (United States Department of Agriculture) Salinity Laboratory Staff. 1954. Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. U.S. Dept. Agric. Handbook. 60, Washington, VIII-160 p.
- USEPA (Environmental Protection Agency). 2010, EPA/600/R-09/057F. Nanomaterial Case Studies: Nanoscale Titanium Dioxide in Water Treatment and in Topical Sunscreen. National Center for Environmental Assessment-RTP Division Office of Research and Development U.S. EPA Research Triangle Park, NC.
- Vaca R., Lugo J., Martínez R., Esteller M. V., Zavaleta H., 2011. Effects of sewage sludge and sewage sludge compost amendment on soil properties and *zea mays* l. Plants (heavy metals, quality and productivity). *Rev. Int. Contam. Ambie.* 27(4) 303-311.
- Vergnoux, A., Di Rocco, R., Domeizel, M., Guiliano, M., Doumenq, P., Théraulaz, F., 2011. Effects of forest fires on water extractable organic matter and humic substances from Mediterranean soils: UV–vis and fluorescence spectroscopy approaches. *Geoderma* 160 (2011) 434-443.
- Violleau D., 1999. Intérêt du fractionnement et de l'extraction des matières organiques naturelles d'eaux de surface pour l'étude de leurs propriétés structurales et de leur pouvoir complexant vis-à-vis du cuivre. Laboratoire de chimie de l'eau et de l'environnement, Université de Poitiers, 159p.
- Vulkan R., Zhao F. J., Barbosa-Jefferson V., Preston S., Paton G. I., Tipping E., et McGrath S., 2000. Copper speciation and impacts on bacterial biosensors in the pore water of copper-contaminated soils. *Environmental Science & Technology* 34, 5115-5121.
- Wang, P., Qu, E., Li, Z., Shuman, L.M., 1997. Fractions and availability of nickel in loessial soil amended with sewage or sewage sludge. *J. Environ. Qual.* 26, 795–801.
- Walter, I., Martínez, F. Cala, V., 2006. Heavy metal speciation and phytotoxic effects of three representative sewage sludges for agricultural uses, *Environmental Pollution* 139, 507-514.
- Wong J.W.C., Li K.L., Zhou L.X., Selvam A., 2007. The sorption of Cd and Zn by different soils in the presence of dissolved organic matter from sludge. *Geoderma* 137:310-317.
- Yadav, B.K., 2011. Micronutrient Status of Soils under Legume Crops in Arid Region of Western Rajasthan, India. *Academic Journal of Plant Sciences* 4(3):94-97
- Yang, T., Huang, H.J., Lai, F.Y., 2017. Pollution hazards of heavy metals in sewage sludge from four wastewater treatment plants in Nanchang, China, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 27, 2249-2259.
- Yi, Z., Yan, C., Chang-quan, W., Guo-xiang, X., 2012. Characters and Influencing Factors of the Distribution of Cultivated Available Soil Fe, Mn, Cu and Zn in Xichang City, Sichuan Province, China. *Journal of Geography and Geology* 4(2):115-123.
- Zaman M, Cameron K.C., Di, H.J. and Inubushi, K. 2002. Changes in mineral N, microbial biomass and enzyme activities in different soil depths after surface applications of dairy shed effluent and chemical fertilizer. *Nutr Cycl Agroecosyst* 63:275–290.
- Zhang M.K., He Z.L., Calvert D.V., Stoffella P.J., 2004. Leaching of minerals and heavy metals from muck amended sandy soil columns. *Soil Sci.* 169:528-540.
- Zufiaurre R, Olivar A, Chamorro P, Nerin C, Callizo A., 1998. Speciation of metals in sewage sludge for agricultural uses. *Analyst*, 123: 255-259.
- Zyrin, N. G., Rerich, W. J., and Tikhomirov, F. A., 1976. Forms of zinc compounds in soils and its supply to plants, *Agrokimiya*, 5, 124. Ru.

VII. Annexes

Annexe 1. Limites en ETM dans les eaux usées destinées à l'irrigation (mg.L⁻¹) (FAO, 2003).

Métal	*à long terme	*à court terme	Métal	*à long terme	*à court terme
<i>Cadmium</i>	0.01	0.05	<i>Plomb</i>	5.0	10.0
<i>Chlore</i>	0.1	1.0	<i>Nickel</i>	0.2	2.0
<i>Cobalt</i>	0.05	5.0	<i>Zinc</i>	2.0	10.0
<i>Cuivre</i>	0.2	5.0			

- Utilisation de l'eau

Annexe 2. Germes pathogènes isolés des boues brutes et traitées de station d'épuration utilisant différentes méthodes de traitement (Sahlström et al., 2004).

	Boues brutes (64 échantillons)		Boues traitées (69 échantillons)	
	Nombre constatés	%	Nombre constatés	%
<i>Salmonella</i> spp.	43	67	38	55
<i>Campilobacter coli</i>	6	9	1	2
<i>Campilobacter jejuni</i>	13	20	2	4
<i>Listeria monocytogenes</i>	8	12	1	2
VTEC 0157*	1	2	0	0

* Verotoxigenic *Escherichia coli* 0157.

Annexe 3. Limites maximales des ETM (mg.kg⁻¹ de MS) dans les boues résiduares destinées à la valorisation agricoles pour différents pays européens et des USA.

		Cu	Ni	Zn
Directive 86/278		1000-1750	300-400	2500-4000
Allemagne		800	200	2500
Danemark		1000	30	4000
Espagne	Sol pH<7	1000	300	2500
	Sol pH>7	1750	400	4000
Grèce		1750	400	4000
France		1000	200	3000
Italie		1000	300	2500
Suède		600	50	800
USA		4300	420	7500

Annexe 4. Rendements d'épuration des Step urbaines (ONA , 2016).

Région	Volume (m ³)	Teneur MS (kg)	kg/m ³	Teneur MS (T)	kg/m ³	g/L
Oran	6783	2058887	303,5	2059	303,5	303,5
Tiaret	7388	2153051	291,4	2153	291,4	291,4
Ouargla *	0	0		0		
El Oued *	0	0		0		
Constantine	3501	392296	112,1	392	112,1	112,1
Batna	2393	522292	218,3	522	218,3	218,3
Annaba	8830	3986379	451,5	3986	451,5	451,5
Chleff	12152	7239980	595,8	7240	595,8	595,8
Tizi-Ouzou	12169	2308658	189,7	2309	189,7	189,7
Sétif	7921	1781047	224,9	1781	224,9	224,9
Alger	20824	3783280	181,7	3783	181,7	181,7
Laghouat	66496	23681800	356,1	23682	356,1	356,1
Tamanrasset *	0	0		0		
Béchar *	0	0		0		
Touggourt	18968	3324152	175,3	3324	175,3	175,3
Saida	329139	38770048	117,8	38770	117,8	117,8
total	496564	90001870	181,2	90002	181,2	181,2

* wilaya dont les Step utilisent un filtre planté ou lagunage naturel

Annexe 5. Protocole d'extraction séquentiel adopté par le BCR.

Réactifs	Fraction ciblée	Phases extraites
CH₃COOH (0,1 Mol/L)	Métaux présents dans la fraction acido-soluble (AcOH)	Acido-soluble, soluble dans l'eau et échangeable
NH₂OH, HCl (0,1 MOL/L, pH =2)	Métaux présents dans la fraction réductible (NH ₂ OH, HCl)	Oxyde de fer et de Manganèse
H₂O₂ 8,8 Mol/L, CH₃COONH₄ À pH=2	Métaux présents dans la fraction oxydable (H ₂ O ₂)	Organique + sulfure
EAU REGALE (HNO₃+HCl)	Métaux présents dans la fraction résiduelle	Réseau cristallin des Minéraux primaires et secondaire

Annexe 6. Préparation des solutions d'extraction Protocole d'Extraction Séquentielle.

1. Flaconnage :

Cette opération consiste en un nettoyage systématique de tous les flacons (Tubes Corning et de stockage) nécessaire à l'attaque des échantillons de sol et au stockage des solutions d'extraction. Une quantité de près de 10ml de solution HNO₃ (10%) est mise dans chacun des tubes et sont mis en agitation par retournement pendant 12h, puis rincés à l'Eau Milli-Q, égouttés et séchés.

L'identification par étiquettes adoptée renferme : le nom du Labo, le propriétaire, le nom de l'échantillon, sa profondeur et la fraction extraite.

Protee_Rabia_S-TW_P1_F-oxi

2. Préparation des solutions d'extraction : Le 27. 01. 2015**2.1. Fraction acido-soluble F-ac****Solution de nitrate de potassium:**

La formule chimique de ce composé **KNO₃**, il s'agit d'un oxydant fort surtout en milieu acide.

Préparation de la solution de nitrate de potassium à 1M.

Quantité prévue par échantillon est de 20ml ; Quantité totale nécessaire est de $20 * 45 = 900$ ml

Quantité à préparer est de 1 000 ml

$$\text{Equation 2.1.a. : } m = MA * C * V$$

m : masse de nitrates de potassium anhydre à peser, MA : masse atomique,

C : concentration recherchée, V : volume de la solution.

$$m = 101.1 \text{ g} * 1 \text{ M} * 1 \text{ l} = 101.1 * 1 * 1 = 101,1$$

Constitution de la solution : peser 101.1 g de nitrates de potassium anhydre, verser dans une fiole de 1L, puis ajuster avec de l'eau Milli-Q.



Solution d'acétate de sodium :

Composé de formule chimique **Na Ac**, **CH₃COONa** ou bien **NaC₂H₃O₂**.
Le groupe acétyle est représenté par **CH₃O**.

Préparation de la solution d'acétate de sodium à 1M ; Quantité prévue par échantillon est de 16ml ; Quantité totale nécessaire est de $16 * 45 = 720$ ml
Quantité à préparer est de 1 000 ml

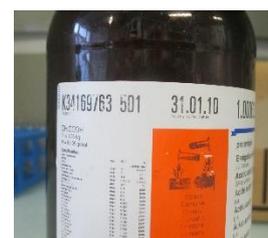
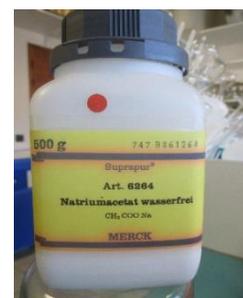
$$\text{équation : } m = MA * C * V$$

Dont : m masse d'acétate de sodium anhydre à peser, MA : masse atomique, C : concentration recherchée, V : volume de la solution à constituer par rajout d'Eau Milli-Q.

$$m = 82 \text{ g} * 1 \text{ M} * 1 \text{ l} = 82 * 1 * 1 = 82\text{g.}$$

Constitution de la solution : peser 82g d'acétate de sodium anhydre, verser dans une fiole de 1000ml, puis ajuster avec de l'eau Milli-Q.

Remarque : la solution d'acétate de sodium est acidifiée à pH 5 par ajout d'acide acétique.



Annexe 7. Valeurs de la densité apparente Da (g.cm⁻¹) dans les sols étudiés.

	profondeur (cm)	Moy
S_SS	10	1,125
	25	1,275
	40	1,348
S-TW	10	1,269
	25	1,381
	40	1,526
S-STW	10	1,612
	25	1,582
	40	1,471
S-WR	10	1,310
	25	1,340
	40	1,408
S-NA	10	1,323
	25	1,402
	40	1,498

Annexe 8. Tableau évaluation de la CEC.

CEC (me/100g)	Appréciation
< 10	Très faible
10 à 15	Faible
15 à 20	Moyenne
20 à 25	Elevée
> 25	Très élevée

Annexe 9. Teneurs (mg/kg) en carbone des MOD dans les sols, la boue et les EUE.

	C. Inorg.	C. Org.	C. Total
S-SS : sol + Boue résiduaire			
S-SS p1	94,3 (0,3)	211,8 (3,1)	306,1 (3,4)
S-SS p2	94,3 (0,3)	211,8 (3,1)	306,1 (3,4)
S-SS p3	94,3 (0,3)	211,8 (3,1)	306,1 (3,4)
S-TW : sol + eau usée épurée			
S-TW p1	56,3 (0,3)	90,9 (0,6)	147,2 (0,9)
S-TW p2	56,3 (0,3)	90,9 (0,6)	147,2 (0,9)
S-TW p3	56,3 (0,3)	90,9 (0,6)	147,2 (0,9)
S-STW : sol + Boue résiduaire + eau usée épurée			
S-STW p1	101,4 (0,3)	130,0 (1,6)	231,4 (1,9)
S-STW p2	101,4 (0,3)	130,0 (1,6)	231,4 (1,9)
S-STW p3	101,4 (0,3)	130,0 (1,6)	231,4 (1,9)
S-WR : sol + eau de rivière			
S-WR p1	56,3 (0,3)	90,9 (0,6)	147,2 (0,9)
S-WR p2	56,3 (0,3)	90,9 (0,6)	147,2 (0,9)
S-WR p3	56,3 (0,3)	90,9 (0,6)	147,2 (0,9)
S-NA : sol témoin sans apport			
S-NA p1	56,3 (0,3)	90,9 (0,6)	147,2 (0,9)
S-NA p2	56,3 (0,3)	90,9 (0,6)	147,2 (0,9)
S-NA p3	56,3 (0,3)	90,9 (0,6)	147,2 (0,9)

Annexe 10. Teneur en azote total en fonction de la profondeur.

Azote (%)	
S-SS : sol + Boue résiduaire	
S-SS p1	0,24 ±0,008
S-SS p2	0,24 ±0,008
S-SS p3	0,24 ±0,008
S-TW : sol + eau usée épurée	
S-TW p1	0,11 ±0,002
S-TW p2	0,11 ±0,002
S-TW p3	0,11 ±0,002
S-STW : sol + Boue résiduaire + eau usée épurée	
S-STW p1	0,15 ±0,006
S-STW p2	0,15 ±0,006
S-STW p3	0,15 ±0,006
S-WR : sol + eau de rivière	
S-WR p1	0,11 ±0,002
S-WR p2	0,11 ±0,002
S-WR p3	0,11 ±0,002
S-NA : sol témoin sans apport	
S-NA p1	0,09 ±0,003
S-NA p2	0,09 ±0,003
S-NA p3	0,09 ±0,003
Boue résiduaire Step Boumerdes	

Annexe 11. Teneur en Ti (mg.kg^{-1}) et distribution en fonction de la profondeur et des fractions.

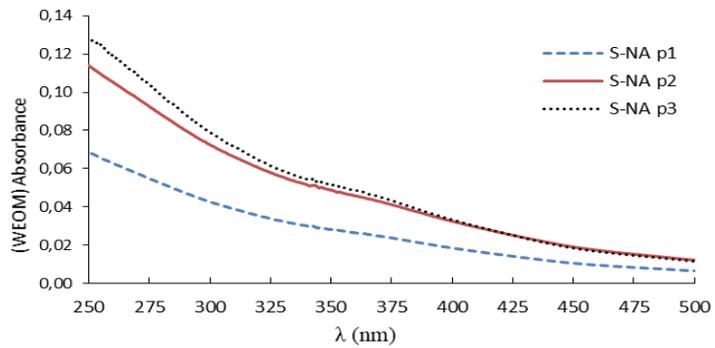
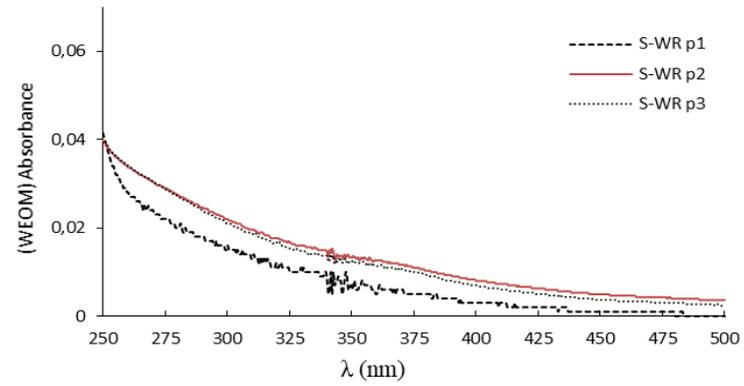
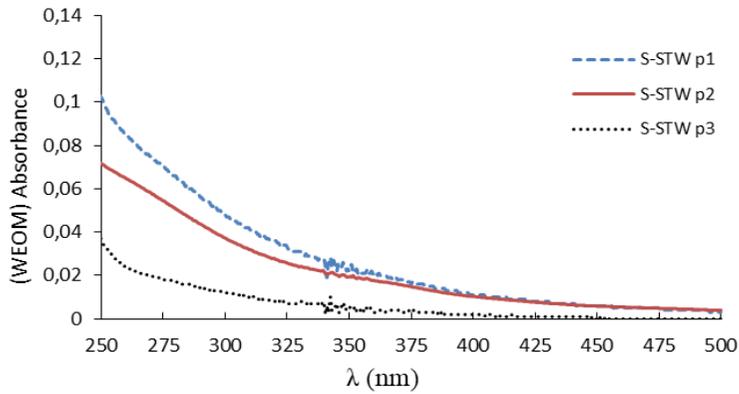
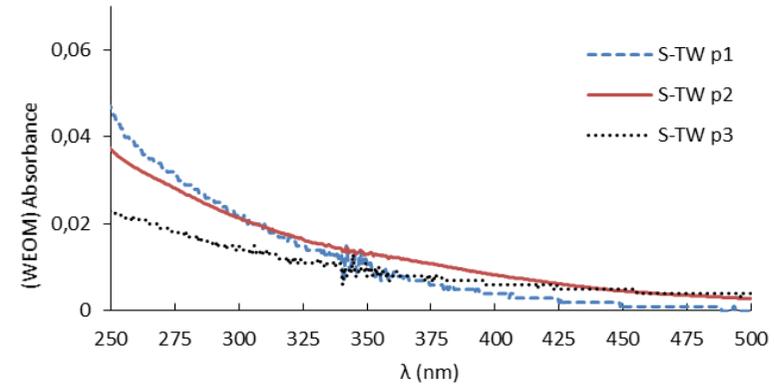
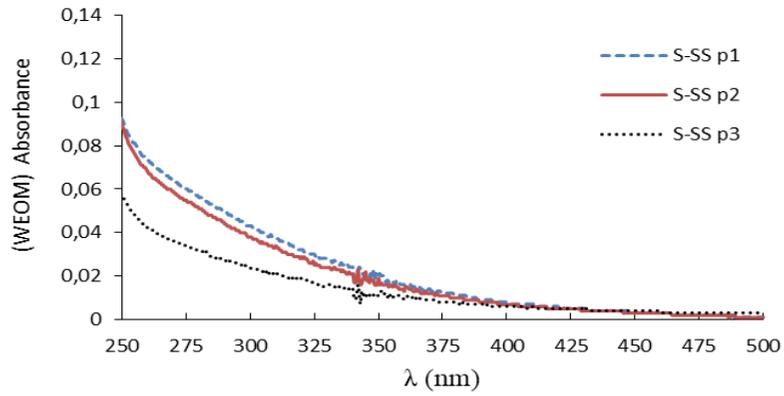
	F-wat	F-ac	Som.	F-wat	F-ac
	(mg.kg^{-1})			$(\%)$	
S-SS p1	0		1755,8	0,00	0,00
S-SS p2	0		3084,5	0,00	0,00
S-SS p3	0,01		1541,8	0,00	0,00
S-TW p1	0		1219,2	0,00	0,00
S-TW p2	0,02		1766,3	0,00	0,00
S-TW p3	0,02		994,3	0,00	0,00
S-STW p1	0		893,4	0,00	0,00
S-STW p2	0		1203,9	0,00	0,00
S-STW p3	0		1383,2	0,00	0,00
S-WR p1	0		1067,8	0,00	0,00
S-WR p2	0		974,8	0,00	0,00
S-WR p3	0,63		548,3	0,11	0,00
S-NA p1	0,20		339,9	0,06	0,01
S-NA p2	0,05		363,3	0,02	0,00
S-NA p3	0,03		425,0	0,01	0,00

Annexe 12. Concentration des 9 ETM et sd (mg.kg^{-1}) des fractions dans les sols et la boue.

	F-wat	F-ac	Sum
S-SS _ Soil + Sewadge Sludge			
Ag	< dl	< dl	1,14
Cd	< dl	< dl	0,13
Co	< dl	0,16 \pm 0,02	14,1
Cr	< dl	< dl	61,2
Cu	0,37 \pm 0,07	2,07 \pm 0,35	70,8
Ni	< dl	< dl	23,9
Pb	< dl	< dl	33,8
Ti	< dl	< dl	2173
Zn	0,02 \pm 0	5,7 \pm 1,24	94,5
S-TW _ Soil + Treated Wastewater			
Ag	< dl	< dl	< dl
Cd	< dl	< dl	0,24
Co	0,03 \pm 0	0,09 \pm 0,01	9,6
Cr	< dl	< dl	42,5
Cu	1,07 \pm 0,18	10,88 \pm 1,89	150,9
Ni	< dl	< dl	20,1
Pb	< dl	< dl	28,3
Ti	0,02 \pm 0	< dl	1328,9
Zn	0,08 \pm 0,01	0,72 \pm 0,15	46,7
S-STW _ Soil + TWW + SS			
Ag	< dl	< dl	0,2
Cd	< dl	< dl	0,1
Co	0,05 \pm 0,01	0,1 \pm 0,02	24,2
Cr	0,11 \pm 0	dl	63,8
Cu	0,78 \pm 0,13	4,94 \pm 0,85	122
Ni	0,03 \pm 0,01	< dl	21,8
Pb	0,1 \pm 0,03	< dl	37,6
Ti	< dl	< dl	1186,9
Zn	0,19 \pm 0,04	1,31 \pm 0,29	60,5
S-WR _ Soil + Water River			
Ag	< dl	< dl	0,6
Cd	< dl	< dl	< dl
Co	0,12 \pm 0,02	0,12 \pm 0,02	44,8
Cr	0,09 \pm 0	0,12 \pm 0	109,1
Cu	0,15 \pm 0,03	0,26 \pm 0,05	31,8
Ni	0,08 \pm 0,02	< dl	42
Pb	< dl	< dl	37,5
Ti	0,25 \pm 0,05	< dl	831,3
Zn	0,17 \pm 0,03	0,29 \pm 0,06	101,7
S-NA _ No Amended soil			
Ag	< dl	< dl	1,4
Cd	< dl	< dl	0,1
Co	< dl	< dl	6,6
Cr	< dl	< dl	29,1
Cu	0,39 \pm 0,12	0,71 \pm 0,21	22,3
Ni	0,07 \pm 0,02	0,1 \pm 0,03	15,4
Pb	0,26 \pm 0,08	< d	20,3
Ti	0,08 \pm 0,03	0,01 \pm 0	382,3
Zn	0,16 \pm 0,05	0,57 \pm 0,17	35,1
Sewadge Sludge _ SS			
Ag	< dl	< d	1,1
Cd	< dl	0,19 \pm 0,02	0,69
Co	0,2 \pm 0,01	0,67 \pm 0,04	18,62
Cr	0,75 \pm 0,05	0,72 \pm 0,05	428,74
Cu	1,09 \pm 0,06	2,56 \pm 0,15	154,39
Ni	0,34 \pm 0,03	0,64 \pm 0,05	202,48
Pb	< dl	< dl	93,76
Ti	< dl	< dl	1092,42
Zn	0,63 \pm 0,04	15,74 \pm 1,1	372,8

Annexe 13. Concentration des cations et anions des extraits à l'eau (LS10) au sein des sols, de la boue et des EUE.

	(Ca ⁺⁺)	(Mg ⁺⁺)	(K ⁺)	(Na ⁺)	(Cl ⁻)	(F ⁻)	(NO ₃ ⁻)	(NO ₂ ⁻)	(PO ₄ ⁻⁻⁻)	(SO ₄ ⁻⁻)
S-SS p1	263,04 (6,17)	39,64 (5,92)	402,37 (2,01)	97,21 (3,29)	157,29 (7,25)	3,58 (0,11)	133,65 (3,14)	4,77 (0,19)	86,29 (2,43)	475,28 (21,9)
S-SS p2	263,04 (6,17)	39,64 (5,92)	402,37 (2,01)	97,21 (3,29)	157,29 (7,25)	3,58 (0,11)	133,65 (3,14)	4,77 (0,19)	86,29 (2,43)	475,28 (21,9)
S-SS p3	263,04 (6,17)	39,64 (5,92)	402,37 (2,01)	97,21 (3,29)	157,29 (7,25)	3,58 (0,11)	133,65 (3,14)	4,77 (0,19)	86,29 (2,43)	475,28 (21,9)
S-TW p1	62,7 (0,51)	15,09 (0,29)	446,99 (3,49)	20,91 (0,8)	111,32 (0,05)	7,24 (0,37)	64,87 (5,42)	2,42 (0,56)	85,72 (3,01)	187,5 (0,11)
S-TW p2	62,7 (0,51)	15,09 (0,29)	446,99 (3,49)	20,91 (0,8)	111,32 (0,05)	7,24 (0,37)	64,87 (5,42)	2,42 (0,56)	85,72 (3,01)	187,5 (0,11)
S-TW p3	62,7 (0,51)	15,09 (0,29)	446,99 (3,49)	20,91 (0,8)	111,32 (0,05)	7,24 (0,37)	64,87 (5,42)	2,42 (0,56)	85,72 (3,01)	187,5 (0,11)
S-STW p1	110,77 (6,31)	15,2 (0,36)	150,68 (2,69)	59,35 (0,87)	111,36 (0,29)	7,13 (0,19)	36,02 (0,36)	8,1 (0,66)	37,63 (0,65)	165,26 (1,14)
S-STW p2	110,77 (6,31)	15,2 (0,36)	150,68 (2,69)	59,35 (0,87)	111,36 (0,29)	7,13 (0,19)	36,02 (0,36)	8,1 (0,66)	37,63 (0,65)	165,26 (1,14)
S-STW p3	110,77 (6,31)	15,2 (0,36)	150,68 (2,69)	59,35 (0,87)	111,36 (0,29)	7,13 (0,19)	36,02 (0,36)	8,1 (0,66)	37,63 (0,65)	165,26 (1,14)
S-WR p1	138,57 (7,33)	15,08 (6,76)	65,25 (0,08)	37,08 (1,67)	178,93 (0,61)	3,57 (0,1)	26,91 (0,98)	4,72 (0,11)	< dl	40,18 (1,13)
S-WR p2	138,57 (7,33)	15,08 (6,76)	65,25 (0,08)	37,08 (1,67)	178,93 (0,61)	3,57 (0,1)	26,91 (0,98)	4,72 (0,11)	< dl	40,18 (1,13)
S-WR p3	138,57 (7,33)	15,08 (6,76)	65,25 (0,08)	37,08 (1,67)	178,93 (0,61)	3,57 (0,1)	26,91 (0,98)	4,72 (0,11)	< dl	40,18 (1,13)
S-NA p1	15,9 (1,9)	15,7 (0,7)	100,3 (1,5)	144 (9,8)	147,17 (1,8)	8,72 (1,5)	55,5 (12,3)	4,46 (0,1)	35,9 (4,2)	37,2 (1,9)
S-NA p2	15,9 (1,9)	15,7 (0,7)	100,3 (1,5)	144 (9,8)	147,17 (1,8)	8,72 (1,5)	55,5 (12,3)	4,46 (0,1)	35,9 (4,2)	37,2 (1,9)
S-NA p3	15,9 (1,9)	15,7 (0,7)	100,3 (1,5)	144 (9,8)	147,17 (1,8)	8,72 (1,5)	55,5 (12,3)	4,46 (0,1)	35,9 (4,2)	37,2 (1,9)



Annexe 14. Fig. Absorbances des matières organiques dissoutes des sols étudiés en fonction de la profondeur échantillonnée.

Annexe 15. Teneurs en ETM en fonction des fractions porteuses et de la profondeur dans les sols étudiés et la boue de la Step de Boumerdes.

	S-SS_p1	S-SS_p2	S-SS_p3	S-TW_p1	S-TW_p2	S-TW_p3	S-STW_p1	S-STW_p2	S-STW_p3	S-WR_p1	S-WR_p2	S-WR_p3	S-NA_p1	S-NA_p2	S-NA_p3
Co F-wat	<dl	<dl	<dl	0,04 ±0	<dl	0,04 ±0	<dl	0,13 ±0,01	<dl	0,08 ±0	<dl	0,26 ±0,02	<dl	<dl	<dl
Co F-ac	0,06 ±0	0,11 ±0,01	0,26 ±0,01	<dl	<dl	0,23 ±0,01	0,25 ±0,01	0,1 ±0,01	<dl	0,19 ±0,01	<dl	0,18 ±0,01	<dl	<dl	<dl
Cu F-wat	0,48 ±0,03	0,43 ±0,02	0,26 ±0,02	0,77 ±0,04	1,16 ±0,07	1,15 ±0,07	0,7 ±0,04	1,25 ±0,07	0,34 ±0,02	0,06 ±0	0,21 ±0,01	0,16 ±0,01	0,49 ±0,05	0,41 ±0,04	0,32 ±0,03
Cu F-ac	1,81 ±0,1	2,09 ±0,12	2,2 ±0,13	11 ±0,64	9,64 ±0,56	11,93 ±0,69	4,74 ±0,27	5,86 ±0,34	4,11 ±0,24	0,41 ±0,02	0,27 ±0,02	0,16 ±0,01	0,9 ±0,09	0,89 ±0,09	0,44 ±0,04
	S-SS_p1	S-SS_p2	S-SS_p3	S-TW_p1	S-TW_p2	S-TW_p3	S-STW_p1	S-STW_p2	S-STW_p3	S-WR_p1	S-WR_p2	S-WR_p3	S-NA_p1	S-NA_p2	S-NA_p3
Ni F-wat	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	0,08 ±0,01	<dl	<dl	0,08 ±0,01	0,12 ±0,01	<dl	<dl	0,17 ±0,02
Ni F-ac	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	<dl	0,17 ±0,02	0,17 ±0,02	<dl
Zn F-wat	<dl	<dl	0,06 ±0	<dl	0,07 ±0	0,13 ±0,01	0,13 ±0,01	0,31 ±0,02	0,11 ±0,01	0,1 ±0,01	0,17 ±0,01	0,21 ±0,01	0,19 ±0,02	0,08 ±0,01	0,21 ±0,02
Zn F-ac	7,04 ±0,49	7,84 ±0,55	2,94 ±0,2	0,8 ±0,06	1,09 ±0,08	0,34 ±0,02	2,4 ±0,17	1,64 ±0,11	0,15 ±0,01	0,34 ±0,02	0,27 ±0,02	0,28 ±0,02	0,77 ±0,07	0,64 ±0,06	0,4 ±0,04

Annexe 16. Recommandations microbiologiques révisées de l'OMS (1989) pour la réutilisation en agriculture des eaux usées.

Catégories	Conditions de réutilisations	Groupes exposés	Techniques d'irrigation	Nématodes intestinaux ^b	Coliformes fécaux ^c	Traitements recommandés pour atteindre le niveau de la qualité microbiologique
A	Irrigation sans restriction. A1, pour les cultures maraichères consommées crues, les terrains de sports, les parcs publics. ^g	Travailleurs, consommateurs, publics	Toutes	≤0,1 ^e	≤10 ³	Série de bassins de stabilisation bien conçus, réservoir de stockage et de traitement équivalent (p ex. traitement secondaire conventionnel suivi soit d'un lagunage tertiaire, soit d'une filtration et d'une désinfection)
B	Irrigation restreinte. Céréales, cultures industrielles, fourragères, pâturage et forêt. ^f	B1 travailleurs (mais pas les enfants de moins de 15ans). Population alentour.	Par aspersion	≤ 1	≤10 ⁵	Série de bassins de rétention donc un bassin de maturation ou un bassin séquentiel ou un traitement équivalent (p.ex. traitement secondaire conventionnel suivi soit par des lagunages tertiaires, soit une filtration)
		B2 comme B1	Par rigole d'infiltration ou par gravité	≤ 1	≤10 ⁵	Comme pour la catégorie A
		B3 travailleurs dont les enfants < à 15ans, population alentour	Toutes	≤0,1	≤10 ³	Comme pour la catégorie A
C	Irrigation localisée sur les cultures de la catégorie B s'il n'y a pas d'exposition des travailleurs ou du public	Aucun	Goutte à goutte, micro-jet, etc	Pas de normes	Pas de normes	Prétraitement nécessaire pour des raisons techniques liées à l'irrigation, mais pas moins d'une sédimentation primaire.

- (a) Dans certains cas particuliers, les facteurs épidémiologiques, socio-culturels et environnementaux devront être pris en compte et les recommandations modifiées en conséquence.
- (b) Moyenne arithmétique du nombre d'œufs/litre. Les espèces considérées sont *Ascaris*, *trichuris* et *ankylostome* : la recommandation correspond aussi à une protection contre les protozoaires parasites.
- (c) Moyenne géométrique du nombre /100ml. La moyenne géométrique (G) est définie comme étant la racine Nième du produit des N termes d'une série statistique.
- (d) Une limite plus restrictive (≤200 coliformes / 100ml) est appropriée pour les pelouses, comme les pelouses d'hôtels, avec lesquelles le public peut avoir un contact direct.
- (e) Cette limite peut être augmentée à ≤1 œuf/litre si (1)- il fait chaud et sec et que l'irrigation de surface n'est pas pratiquée ou (2)- le traitement de l'eau contient aussi des traitements chimiothérapeutiques anti-helminthes.
- (f) Dans le cas des arbres fruits, l'irrigation doit d'arrêter deux semaines avant la récolte, et aucun fruit ne doit être récolté au sol. l'irrigation par aspersion ne doit pas être utilisée.

Impacts à long terme de boues résiduaires et d'eau usée épurée urbaine sur les sols agricoles de Corso wilaya de Boumerdes : Paramètres agronomiques, concentrations et spéciations des Eléments Traces Métalliques.

Résumé.

Les travaux de cette thèse visent à évaluer l'impact à long terme des eaux usées épurées (EUE) et des boues résiduaires urbaines (BRU) issues de la Step de Boumerdes sur les sols agricoles. Les échantillons ont été analysés pour la détermination des paramètres agronomiques, la concentration et la spéciation des ETM.

Les sols agricoles de texture fine n'ont pas subi de dégradation des propriétés agronomiques. L'application de la boue ou des EUE a amélioré la teneur en matières organiques, la disponibilité des nutriments, particulièrement le K et P comme le montrent les analyses des extraits à l'eau. Le pH est neutre à faiblement alcalin et les paramètres de CEC, salinité, SAR, ESP et rapport C/N sont satisfaisants.

La boue et les EUE ont des teneurs totales en ETM inférieures aux normes. Dans la boue Co, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb et Zn ont respectivement 19, 0.6, 430, 155, 200, 93 et 370 mg kg⁻¹. Dans les EUE, seul le Cu est détecté avec une teneur de 14 µg.L⁻¹. L'évaluation du potentiel de contamination montre que l'application des BRU et des EUE a engendré sur les sols une accumulation d'ETM supérieure au fond géochimique. Le sol S-SS, cumule 30 à 50% de la norme AFNor 44 041 pour le Co, Cr, Ni, Pb et Zn et atteint 71% pour le Cu. Les EUE induisent sur les sols S-STW et S-TW une forte contamination cuprique, 122 et 150mg.kg⁻¹, dont 70 à 80% sont potentiellement biodisponible. L'extraction séquentielle indique que les métaux acquièrent une affinité semblable au sol témoin, à l'exception du Cu et Pb qui subissent un déplacement d'affinité vers la fraction réductible ou résiduelle. Ni, Co et Zn présentent un même ordre d'affinité et une proportion potentiellement biodisponible comprise entre 25 et 50%. Quant à Ag, Cr, Cd et Ti leur impact environnemental est ramointri par la faible teneur totale ou la forte affinité à la Fraction résiduelle. Ces observations confirment les avantages de la réutilisation des EUE et des BRU pour l'amélioration des propriétés agronomiques des sols. Cependant, il subsiste un risque de contamination en ETM d'où la nécessité d'un suivi, particulièrement pour deux ETM : le Cu et Ni.

Mots clés/ Boues résiduaires. Eaux usées épurées. Boumerdes, Propriétés agronomiques. Nutriments. ETM. Spéciation des métaux. Biodisponibilité des métaux.

Long-term effects of sewage sludge and treated wastewater on agricultural soils of Corso Boumerdes district: agronomical parameters, traces metals elements content and speciation.

Abstract

The aim of this study is to assess the long term impacts of sewage sludge (SS) and Treated waste water (TWW) from urban Boumerdes city on the agricultural soils. The samples were analyzed to obtain agronomic parameters, heavy metal concentration and speciation.

The agronomic properties of the soils has not decreased. Both SS amendment and TWW irrigation improve the organic matter content, the nutrient availability in soil, especially for potassium and phosphorus. In addition, these treatments induce a slight increase of pH, and, soil cation exchange capacity, salinity, SAR, ESP and C/N ratio remained within agronomic satisfactory limits.

Following the AFNOR standards (AFNOR 41044), the total heavy metal content of SS and TWW remain low. The heavy metal contents of SS were 19, 0.6, 430, 155, 200, 93 et 370 mg kg⁻¹ for Co, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb and Zn, respectively, while the heavy metal contents TWW were 14 µg.L⁻¹ of Cu and the other heavy metal contents in TWW were below the detection limit. The soil treated with SS cumulates 25 to 50% of the standard value for Co, Cr, Ni, Pb and Zn and reaches 71% for Cu.

The application of SS and TWW to soil induce the increase of copper content with 122 and 150mg.kg⁻¹ with 70 to 80% are potentially bioavailable. Sequential extraction indicates that metals affinity is similar for both control and treated soils, except for Cu and Pb. These two heavy metals show affinity to reducible and residual fraction. Results with others heavy metals (Ni, Co and Zn) indicate the same affinity to reducible fraction order and are characterized by a potentially bioavailable rate ranging from 25 to 50%. In contrast to these heavy metals, Ag, Co, Cr and Ti are lower environmental effects according to their affinity to residual soil fraction.

These observations highlight the potential benefits of TWW and SS reuse for improving soil agronomical properties. However, a potential contamination with heavy trace metals will be considered with particular monitoring of Cu and Ni in agricultural soils.

Keywords / Sewage sludge. Treated Wastewater. Boumerdes, Nutrients. Agronomical properties. ETM. Metals Speciation. Metals Bioavailability.