République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministre de l'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique



Université Dr. Yahia Fares de Médéa

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie des Procédés et de l'Environnement

Projet de Fin d'Etudes en vue de l'obtention

du Diplôme de Master 2 en Génie des Procédés

Option: Pollution Chimique et Gestion Environnementale

CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUES ET MICROBIOLOGIQUE DES REJETS LIQUIDES « MARGINES » DE DEUX HUILERIES D'OLIVES

Réalisé par :

BOUAMRA Sarra

BENSALEM Fatmazohra

Encadré par :

Mr SAIBA Ali

Année universitaire 2014/2015

Dédicace

A mes très chers parents

Aucune dédicace aussi parfaite et douce soit-elle, ne saurait exprimer toute ma reconnaissance et tout l'amour que je vous porte.

Ce travail représente le fruit de votre soutien, vos sacrifices, et vos encouragements.

Jamais il n'aurait vu le jour sans les conseils que vous avez consentis pour mon éducation.

Que Dieu vous protège et vous accorde une longue vie pleine de santé et de bonheur

A mes très chers frères et sœurs : *Hadjer, Zaki, Iman et Khalil.*

A tous ceux qui me sont chers.

Sarra

Dédicace

Je dédie ce mémoire

A mes chers parents ma mère et mon père pour leur patience leur amour leur soutient et leur encouragement

A mes frères Hichem et Aymen

A mon mari Hocine

A mes cousines Amel et Ikram et Linda

A mes amis et mes camarades

Sans oublier tout les professeurs que se soient du primaire du moyen secondaire au de l'enseignement supérieur

A tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer …

Fatima Zohra

Remerciements

On remercie notre Dieu miséricorde de nous avoir amené à réaliser ce projet et de nous avoir donné la possibilité de poursuivre nos études supérieures et de les réussir et d'avoir la chance d'atteindre ce niveau.

On tient à exprimer notre gratitude à Monsieur Ali SAIBA, Maître Assistant A, à l'université de Médéa qui nous a accompagnés durant toute la période de réalisation du mémoire par leur professionnalisme, ses instructions claires et de mettre à notre disposition tous les moyens nécessaires pour achever ce travail.

Nos remerciements s'adressent également aux membres de jury pour l'honneur qu'ils ont fait en acceptant d'examiner ce travail.

On exprime nos profonds remerciements à tous les ingénieurs du hall technologique pour leurs soutiens techniques.

Nos remerciements les plus sincères à tout le personnel de la Faculté des Sciences et de la technologie de l'université de Médéa.

Nos vifs remerciements au M^{r} Belhadj, gérant du bureau d'étude technique en environnement et aménagement du territoire pour son soutient et ses conseils précieux.

Nos remerciements vont aussi à nos collègues pour l'aide et la contribution qu'ils ont apportés.

On tient à remercie vivement tous ceux qui ont participé discrètement à l'accomplissement de ce mémoire.

Merci à vous

الملخص:

الهدف من هذه الدراسة هو معرفة المميزات الفيزيائية و الكيميائية و البكتيرية للنفايات السائلة الناتجة عن معصرات زيت الزيتون. لهذا الغرض تمت دراسة عينتين من نفايات سائلة لمعصرتين مختلفتين من الجزائر (المدية و سكيكدة).

بينت نتائج التحاليل الفيزيائية و الكيميائية بأن كلتا العينتين هي ذات طبيعة حمضية، إذ أن القيمة المتوسطة لدرجة الحموضة هي 5,44 كما أنها غنية بالمادة العضوية حيث تظهر من خلال الطلب البيوكيميائي للأكسجين خلال 5 أيام تسجيل قيمة 20 غ/ل بالنسبة لعينة المدية و 15 غ/ل فيما يخص عينة سكيكدة. والطلب الكيميائي للأكسجين 345,6غ/ل لعينة المدية و 326,4 غ/ل بالنسبة لعينة سكيكدة. درجة التعكر، الناقلية، المواد العالقة، المواد الصلبة العالقة، المواد المعدنية العالقة، المواد الطيارة العالقة أيضاً تم قياسها من خلال هذه الدراسة. كما قمنا أيضاً بتقييم الكتلة الميكروبية لهذه النفايات حيث تميزت بغياب تام لكل من البكتيريا القولونية و بكتيريا المكورات العقدية, هذا فيما يخص العينة المأخوذة من معصرة المدية، أما معصرة سكيكدة فتمت ملاحظة وجود30000 وحدة مستعمرة/ل بالنسبة للبكتيريا القولونية و 7000 وحدة مستعمرة/ل للمكورات العقدية.

الكلمات المفتاحية:

زيت الزيتون، النفايات السائلة، إستخلاص، معاينة

Résumé

Le but de cette étude porte sur la détermination des caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques des margines de deux régions différentes en Algérie (Médéa et Skikda). Les résultats des analyses physico-chimiques ont montrés que les deux échantillons des margines ont un pH acide la valeur moyenne de l'ensemble des échantillons est de 5,44. Elles sont riches en matière organique, avec des valeurs de DBO_5 et DCO proche pour les deux échantillons avec 20 gO_2/l de DBO_5 et 345,6 gO_2/l de DCO pour l'échantillon de Médéa, et pour l'échantillon de Skikda la DBO_5 est de 15 gO_2/l et 326,4 gO_2/l de DCO. Les margines possèdent des quantités en MES de l'ordre de 18,8 $g.l^{-1}$ pour la margine de Médéa et 3,7 $g.l^{-1}$ pour la margine de Skikda. D'autres paramètres ont été effectués pour l'accomplissement de notre étude (MSS, MVS, Turbidité, …etc.). La charge microbienne de ces margines a été étudiée dont les résultats obtenus montrent l'absence totale des coliformes fécaux et streptocoques fécaux dans l'échantillon de Médéa, concernant les margines de Skikda il a été permet d'identifier des valeurs de l'ordre de 30000 $UFC.L^{-1}$ pour les coliformes fécaux et de l'ordre de 7000 $UFC.L^{-1}$ pour les streptocoques fécaux.

Mots clés : huile d'olive, margine, extraction, caractérisation.

Abstract

The aims of this study are the determination of physicochemical and microbiological characterizations of olive mill waste water (OMW). In order to get our goals, two example of olive mill waste water of two different area of Algeria are studying. The results of physicochemical analysis indicate that each example of OMW pH acid, the average value of pH is 5.44, also rich with organic substances which is expressed by COD (OMW of Médéa has 345.3 gO_2/l and 326.4 gO_2/l for OMW of Skikda) and BOD_5 (20 gO_2/l for Médéa and 15 gO_2/l concerned Skikda OMW). Suspended matters are average of 18.8 $g.l^{-1}$ for OMW of Medea and 3.7 $g.l^{-1}$ for OMW of Skikda. The turbidity; conductivity; solids suspended maters,…etc., are determinate by this study. The microbiological charge was studied and the results obtained show no fecal coliforms and streptococci for OMW of Medea, for the OMW of Skikda was identified values of 30000 $CFU.L^{-1}$ Of fecal coliforms and 7000 $CFU.L^{-1}$ Of fecal streptococci.

Key words: Olive oil; olive mill waste water, extraction, characterization.

Table des matières

Liste des abréviation……...……...5
Liste des tableaux……..……7
Liste des figures……...……..8
Introduction générale……9
I. Données sur l'olive……..…..11
I.1. Historique de l'olivier……..……..….11
I.2. Composition de l'olive…….……..……11
I.3. Culture de l'olivier……..……..….12
I.4. Pays producteurs d'olives…….…..13
I.5. Oléiculture en Algérie……...……14
I.5.1. Extraction de l'huile d'olive……....15
I.6.1. Opérations de réception……..16
I.6.2. Systèmes d'extraction utilisés……16
I.6.2.1. Procédé continu ou par centrifugation……...…..16
I.6.2.1.1. Système continu à trois phases……17
I.6.2.1.2. Système continue à deux phases…….....17
I.6.2.2. Comparaison entre les deux systèmes……17
I.6.2.3. Système de presse, ou système traditionnel……18
II. L'huile d'olive ……..19
II.1. Compositions de l'huile d'olive……..…….……20
II.2. Production de l'huile d'olive……...…….……21
III. Les margines……22
III.1. Déchets liquides……..22
III.2. Caractérisations et compositions des margines…….…23
III.3. L'aspect physico-chimique……23
III.4. Impact des margines sur l'environnement…….…….24
III.5. Traitement des margine……...26
III.5.1. Procédés physiques……26

III.5.2. Procédés chimiques……..…26
III.5.3. Procédés biologiques……..26
III.6. Valorisation des sous produits ……..26
III.7. Devenir des sous produits de l'huile d'olive en Algérie……27
III.7.1. L'épandage des grignons…….…...27
III.7. 2. Compostage des margines……..…...28
III.7.3. Production des protéines d'organismes unicellulaires (POU) …….....28
III.7.4. Production d'enzymes…….…..…..28
III.7.5. Alimentation animale……..…29
III.7.6. Production du biogaz ……...……...29
I. Etude physico-chimique des margine……..……...30
I.1. Echantillonnage……...…..30
II. Méthodes et analyses……...……30
II.1. L'acidité pH…….……...30
II.2. Conductivité……..…….30
II.3.Turbidité……...31
II.4. Matières en suspension (MES)…….……...31
II.5. Matière sèche (MS)……...…….31
II.6. La teneur en eau (TE)……..…….……..31
II.7. Matières minérales et matières volatiles…….…..……32
II.8. Dosage des sucres totaux……...……..32
II.9. Demande biologique en oxygène…….32
II.10. Demande chimique en oxygène……....……33
II.11. Ion Ammonium NH_4^+……..…..……..34
II.12. Teneure en matière grasse……..……35
II.13. Analyse microbiologique……..….35
II.13.1. Coliforme fécaux…….…...35
II.13.2. Streptocoque fécaux……..……35
III. Résultats d'analyses et discussion……36

III.1. L'acidité (pH)……..……..36
III.2. Conductivité…….…….36
III.3. La turbidité……37
III.4. DBO_5 et DCO……37
III.5. Teneur en Matière grasse…….…..37
III.6. Ions ammonium NH_4^+……..……..…38
III.7. MES, MS, MMS, MVS…….....38
III.8. Teneur en eau…….39
III.9. Sucre totaux……39
III.10. Coliformes fécaux et Streptocoques fécaux…….40
Conclusion générale……43

LISTE DES ABREVIATIONS

BOD: Biochemical oxygen demand

°C : degré Celsius

COD: chemical oxygen demand

cm: centimètre

COI : Conseil Oléicole International

DBO_5 : demande biochimique en oxygène durant 5 jours

DCO : demande chimique en oxygène

DSA: direction des services agricole

g : gramme

gO_2/l : gramme d'oxygène par litre

$g.l^{-1}$: gramme par litre

$g\ Cl^{-1}/l$: gramme de chlorure par litre

H_3O^+ : ion hydronium

Ha : hectare

H_2SO_4: acide sulfurique

Kg: kilogramme

$K_2Cr_2O_7$: bichromate de potassium

kg/cm^2: kilogramme par centimètre carré

KWh: Kilowattheure

L/kg : litre par kilogramme

L:litre

MES : matières en suspension

MSS : matière sèche en suspension

MMS : matières minérales en suspension

MVS : matière volatil en suspension

m : masse

min: minute

$ms.cm^{-1}$: milli siémens par centimètre

m^3: mètre cube

m^3/h: mètre cube par heure

ml: millilitre

nm: nanomètre

NH_4Cl: chlorure d'ammonium

$NH4^+$: ion ammonium

NTU: Nephelometric Turbidity Unit

OMW: olive mill waste water

pH : potentiel d'hydrogène

PNDAR : Le programme national pour le développement agricole et rural

SAU : surface agricole utile

T/ha : tonne par hectare

T : tonne

t/an: tonne par an

trs/min : tours par minute

$UFC.L^{-1}$: unité formant colonie par litre

TE: teneur en eau

UV: ultra violet

Liste des tableaux

Tableau (1) : Composition chimiques des composants d'olive……12
Tableau (2) : Principaux pays producteur d'olive 2010……13
Tableau (3) : Comparaison entre les méthodes du système continu……18
Tableau (4) : Aspects chimiques des margines……23
Tableau (5) : Estimation quantitatif des sous produit……26
Tableau (6) : Valeurs moyennes des pH obtenus……36
Tableau (7) : Valeurs des MES, MS, MMS et MVS……38
Tableau (8) : Caractérisations microbiologiques des margines……41
Tableau (9) : Récapitulatif des résultats obtenus……42

Liste des figures

Figure (1) : Composition de l'olive……12
Figure (2): Evolution de la superficie et de la production (période1999/2011)…….15
Figure (3) : Système d'extraction continue…….……..17
Figure (4): Système d'extraction discontinu……..…19
Figure (5) : Principaux pays producteurs d'huile d'olive dans le monde(2012)…….….22
Figure (6) : Conséquences des margines sur le milieu naturel…….25
Figure (7) : valeurs du MMS et MVS……..38
Figure (8) : valeurs du MES et MS……..39
Figure (9) : La courbe d'étalonnage des sucres totaux ……40

Introduction générale

La protection de l'environnement et la maîtrise de l'énergie sont l'un des piliers du développement durable, qui constitue un enjeu majeur pour l'avenir de l'homme et de la planète. Face à cela, la dégradation de l'environnement et les changements climatiques affecteront l'humanité. L'Algérie est l'un des pays qui accorde beaucoup d'importance à l'environnement durable, lequel figure parmi les priorités de son plan de développement économique et social **[1].**

Parmi les nuisances qui touchent l'environnement il existe la pollution des eaux, c'est la dégradation physique, chimique, biologique de ses qualités naturelles, provoquée par l'homme et ses activités. Elle perturbe les conditions de vie de la flore et de la faune aquatiques; La pollution des eaux est provoquée par le rejet d'eau salie par nos activités domestiques (lavages et nettoyages divers…etc.) mais également par les diverses activités industrielles et agricoles, nécessaires pour nous fournir les aliments et biens dont nous avons besoin. **[2]** C'est dans ce cadre que ce travail met l'accent sur la pollution générée par l'industrie oléicole. En effet et comme toutes les industries agro-alimentaires, l'opération d'extraction nécessite de grandes quantités d'eau. Par conséquent, cette industrie engendre des quantités importantes de déchets solides (grignons d'olive) et liquides (des margines), la quantité de margine produite lors l'extraction de l'huile d'olives peut atteindre même des valeurs supérieures à 1 L/kg d'olive **[3].**

Les margines sont bien plus nuisibles que les eaux usées urbaines. Plusieurs traitements de dépollution de ces eaux ont été testés, mais l'effet antioxydant reste le facteur limitant dans ces traitements. Certains auteurs ont confirmé que les margines peuvent être utilisées comme un bon combustible **[1].**

Notre étude est basée sur la détermination des caractérisations physico-chimiques et bactériologiques des rejets liquides de deux huileries d'olive, afin de déterminer les charges polluantes qui existent dans les margines.

Pour l'accomplissement du mémoire nous avons suivis le plan ci-dessous :

- **Une étude théorique qui traite :**

- L'olivier, l'oléiculture et les margines.

- Les différents procédés d'extraction de l'huile d'olive.
- Procédé de traitement et de valorisation des sous produits d'oléiculture.

- **Une étude expérimentale qui expose :**

- Les caractérisations physico-chimiques et bactériologiques des margine.
- Une interprétation des résultats obtenus.

I. Données sur l'olive

I.1. Historique de l'olivier

L'olivier existe depuis plus de 60 000 ans sous sa forme sauvage (un arbuste aux petites feuilles et petits fruits appelé oléastre). Sa culture a débuté il y a plus de 7000 ans au Proche-Orient et dans le Bassin Méditerranéen. Les grecs et les romains ont développé sa culture car ils étaient de grands consommateurs d'huile d'olive. Ils utilisaient l'huile d'olive pour se nourrir mais aussi pour éclairer leurs maisons et se soigner. La culture de l'olivier n'a jamais cessé depuis l'Antiquité **[4]**.

L'olivier appartient à la famille des oléacées dont le nom latin « Olea ». Il comporte diverses espèces dont l'Olea europaea qui le devise en quatre sous-espèces : Olea europaea lapea laperrini, Oleae europaea cerasiformis, Olea europaea cuspidata, Olea europaea euromediterranea. **[5]** Olea europaea euromediterranea, C'est l'unique sous-espèce du bassin méditerranéen représentative du genre Olea. Elle est composée de deux formes : Olea euromediterranea sylvestris (oleaster), c'est l'olivier sauvage et Olea euromediterranea sativa ou l´olivier cultivé. **[6]**

L'olivier cultivé est un arbre ayant des feuilles vertes tout long de l'année. Ses dimensions et sa forme varient avec les conditions climatiques, l'exposition, la fertilité du sol et la variété. Il pousse dans le climat tempéré et il est également réputé pour sa grande rusticité lui permettant de s'adapter facilement aux sols rocheux, ingrats, caillouteux et arides.

L'olivier bénéficie d'une longe durée de vie ; il peut même considéré comme immortel car si le tronc disparait, des rejets reconstituent spontanément l'arbre. Il se multiple très facilement par voie végétative ou à partir de boutures **[7].**

I.2. Composition de l'olive

L'olive est composée du noyau (17,3%-23%), d'amandon (2%-5,5%), d'épicarpe (2%-2,5%) et de la pulpe (71,5%-80,5%) en masse **[7].**

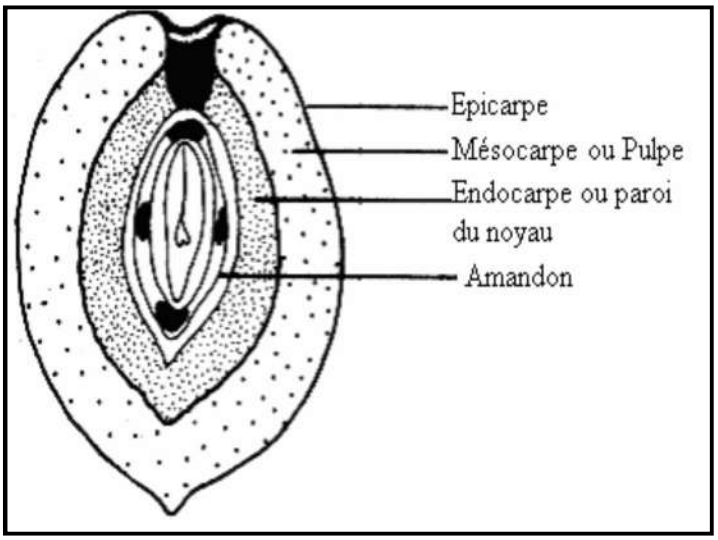


Figure (1) : Composition de l'olive **[7].**

Tableau (1): Composition chimiques des composants d'olive **[8].**

Partie	**Matières Azoté totales**	**Matières Grasses**	**Cellulose brute**	**Matières minérales**	**Matière non azoté**
Epicarpe	9,8 %	3,4 %	2,4 %	1,6 %	82,8 %
Mésocarpe	9,6 %	51,8 %	12,0 %	2,3 %	24,2 %
Endocarpe (noyau et amande)	1,2 %	0,8 %	74,1 %	1,2 %	22,7 %

Il est clair que la partie la plus riche en huile est le mésocarpe (ou pulpe) et celle plus riche en cellulose brute l'endocarpe (ou noyau).

I.3. Culture de l'olivier

La culture de l'olivier revêt dans le bassin méditerranéen une grande importance socioéconomique. Elle occupe une superficie d'environ 900000 hectares, donne lieu à une production de près de deux millions de tonnes d'huiles, et contribue au revenu de sept millions de familles. La physionomie de cette culture dans les pays du bassin méditerranéen présente des similitudes quant aux contraintes qui entravent son développement. Celles-ci sont cependant plus prononcées chez les pays de la rive sud.

Ainsi, plus de 70% des Plantations mondiales d'olivier sont situées sur des sols accidentés et conduites en agriculture pluviale. Les techniques culturales et d'entretien sont trop

généralement sommaires. La moitié des huiles produites est de qualité inférieure, alors que la productivité des exploitations oléicoles est faible, variant de 1 à 2,5 T/ha. Devant ces contraintes qui pèsent sur le développement de l'oléiculture mondiale et particulièrement celle du sud de la méditerranée, il est impératif de déployer des efforts par l'ensemble des opérateurs pour améliorer à la fois la productivité et la qualité des produits de l'olivier aux fins de faire face aux exigences de rentabilité, de qualité et d'adaptation aux attentes du marché **[1].**

I.4. Pays producteurs d'olives

La production d'huile d'olive est concentrée sur le pourtour méditerranéen : Espagne, Portugal, Italie, Grèce, Turquie, Tunisie et Maroc. A eux seuls ces pays représentent plus de 90% de la production mondiale.

Le tableau ci- dessous représente les principaux pays producteurs d'olive.

Tableau (02) : Principaux pays producteur d'olive 2010 **[9].**

Pays	**Production d'olive en tonnes (2010)**	**Production d'olives % (2010)**
Monde	3.269.249	100%
Espagne	1.487.000	45,5%
Italie	548.500	16,8%
Grèce	352,800	10,8%
Syrie	177,400	5,4%
Maroc	169,900	5,2%
Turquie	161,600	4,9%
Tunisie	160,100	4,9%
Portugal	66,600	2,0%
Algérie	33,600	1,0%
autre	111,749	3,3%

I.5. Oléiculture en Algérie

L'olivier constitue la principale espèce fruitière cultivée en Algérie. Sa faculté à croître et à produire dans diverses situations de culture et son adaptation aux conditions pédoclimatiques les plus critiques ont permis son développement sur pratiquement tout le territoire national. Il assure donc des fonctions multiples de conservation du paysage, de préservation de l'environnement contre l'érosion et la désertification, de valorisation de terres agricoles et de fixation des populations dans les zones marginales. La superficie complantée en olivier s'élève à 311930 hectares, soit plus de 33% du verger arboricole et viticole national, représentant 3,69 % de la SAU, ce qui représente 2,87% du patrimoine mondiale**.**

L'oliveraie nationale compte actuellement 38.884.570 de pieds d'olivier dont 24.477.420 arbres en rapport, la culture pluviale occupe les 4/5 de la surface avec environ 249.964 ha contre 61.966 ha irrigués. La production des olives de la dernière campagne est estimée à 610.775,5 tonnes dont une partie est destinée à la production d'huile d'olive soit 54500T provenant de la trituration de 417.990,5 tonnes d'olives, l'autre partie est utilisée pour la préparation des olives de table, soit 192.785 tonnes d'olives.

Au lendemain de l'indépendance nationale les statistiques chiffraient l'olivette algérienne à 11.500.000 oliviers, ce qui correspond à une superficie de 100 000 ha. Alors qu'en 1978, le nombre d'oliviers en Algérie a été évalué à 16 millions, a jugé que l'évolution de l'oléiculture algérienne peut se résumer en trois grandes périodes :

- De 1965 à1987, le verger passe de 98.200 ha à 164.000 ha soit une progression de 67%
- De 1987à1999, les superficies oléicoles ont enregistré 1% de progression soit (1600 ha)
- De 2000 à 2007, le verger croit de 133.400 ha et atteint ainsi 299.433 ha avec un taux d'accroissement de 81%.

La moyenne des productions annuelles d'olive enregistrée entre 1999/2000 et 2010/2011 est de l'ordre de 307.130 t.

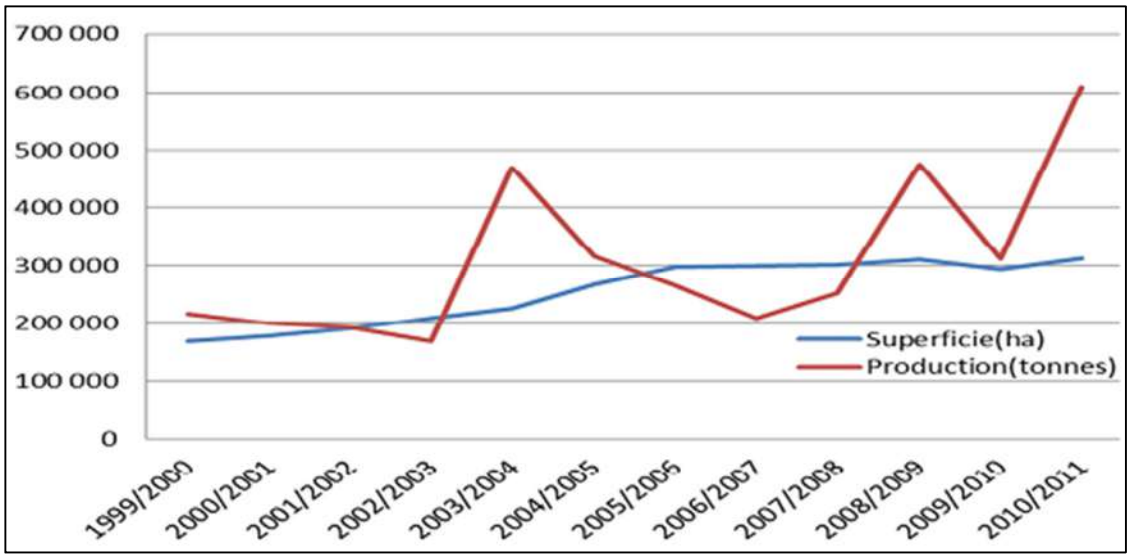


Figure (2): Evolution de la superficie et de la production (période1999/2011) **[7].**

L'oléiculture s'étale sur tout le territoire national, en raison de la capacité de l'olivier à s'adapter à tous les étages bioclimatiques : du présaharien chaud et sec en culture irriguée, jusqu'au climat tempéré humide.

Actuellement, l'oliveraie est concentrée dans trois zones principales :

- Zone Nord Centre : représentée par les oliviers de Bejaia, Bouira et Tizi ouzou, contribuent à elles seules pour 34,44 % de la superficie totale.
- Zone Nord Est : représentée par Bordj Bou Arreridj, Sétif et Jijel, à elles seules totalisent plus de 15% de la superficie totale.
- Zone Nord-Ouest : dans cette zone les sols sont favorables à sa culture mais avec de faibles précipitations et leur mauvaise répartition au cours de l'année. Cette production d'olives de table est produite à Mascara, Rélizane, Tlemcen, et Mostaganem, constitue 10,61% de la superficie totale. **[7].**
- Le reste de la superficie totale est dispersé dans différentes région du territoire nationale.

I.5.1. Extraction de l'huile d'olive

En Algérie et jusqu'à ces dernières décennies, le secteur oléicole n'utilisait que des techniques traditionnelles. L'extraction a été réalisée à l'aide des systèmes archaïques de pression faisant appel à la force animale à défaut de l'énergie électrique.

Avec le développement du secteur oléicole, les systèmes traditionnels ont cédé la place aux équipements modernes. Le perfectionnement de ces procédés a permis d'extraire l'huile à

travers des phases successives. Auparavant, l'extraction était effectuée de manière discontinue (lavage des olives, broyage mécanique, malaxage, extraction des moûts huileuses). De même, après le développement des appareils de centrifugation, la séparation de l'huile des eaux de végétation est devenue moins onéreuse **[10]**.

I.6.1. Opérations de réception

Ces opérations, qui consistent à préparer l'olive pour son pressage postérieur, sont
Communes à toutes les huileries ; l'unique variation observée a trait au degré de
Perfection et à l'automatisation avec laquelle elles sont réalisées. Voici ces opérations :

· Nettoyage et lavage

· Contrôle du poids et de la qualité : aspect, acidité, rendement gras.

· Stockage ou "engrangement" **[10].**

I.6.2. Systèmes d'extraction utilisés

- **I.6.2.1. Procédé continu ou par centrifugation**

En Algérie, les unités de trituration industrielles sont au nombre de 427 (DSA Octobre 2010). Leur capacité de trituration minimale est supérieure à 10 tonnes/jour.

Le système continu est apparu dans les années 70 avec l'application des nouvelles technologies d'extraction de l'huile d'olive. Le progrès technologique a permis le développement de systèmes automatisés et moins fastidieux que les presses : il s'agit des centrifugeuses horizontales.

La pâte d'huile est soumise à une centrifugation dans un tambour conique tournant sur un axe horizontale (décanteur), qui permet l'amélioration des rendements et la productivité des huileries. Sous l'effet des différences de poids spécifique, la centrifugation sépare deux ou trois phases **[10].**

Ce système est basé sur :

a) **Broyage** : Il est réalisé par des broyeurs mécaniques à disques ou à marteaux. Ces broyeurs peuvent travailler en continu, la pâte étant obtenue presque instantanément.

b) **Malaxage** : La pâte est versée dans un bac en inox, dans lequel tourne une spirale ou une vis sans fin, également en inox.

c) **Séparation des phases** : La pâte malaxée est injectée par une pompe dans une centrifugeuse dont l'axe est horizontal. Cet appareil est appelé décanteur horizontal.

d) **Décantation** : On utilise des centrifugeuses verticales à assiettes qui permettent de séparer l'huile d'olive des margines.

I.6.2.1.1. Système continu à trois phases

Séparation huile/masse par centrifugation à l'aide d'une centrifugeuse horizontale appelée "décanteur", qui effectue un travail en continu. Comme dans le cas précédent, le résultat
De l'opération est l'**huile**, la **margine,** et le **grignon** ou résidu solide.

I.6.2.1.2. Système continue à deux phases

Variante du système précédent ; ici, le décanteur sépare l'huile et mélange le grignon et les eaux de végétation en une unique phase de consistance pâteuse appelée **grignon humide** ou **grignon à 2 phases [11].**

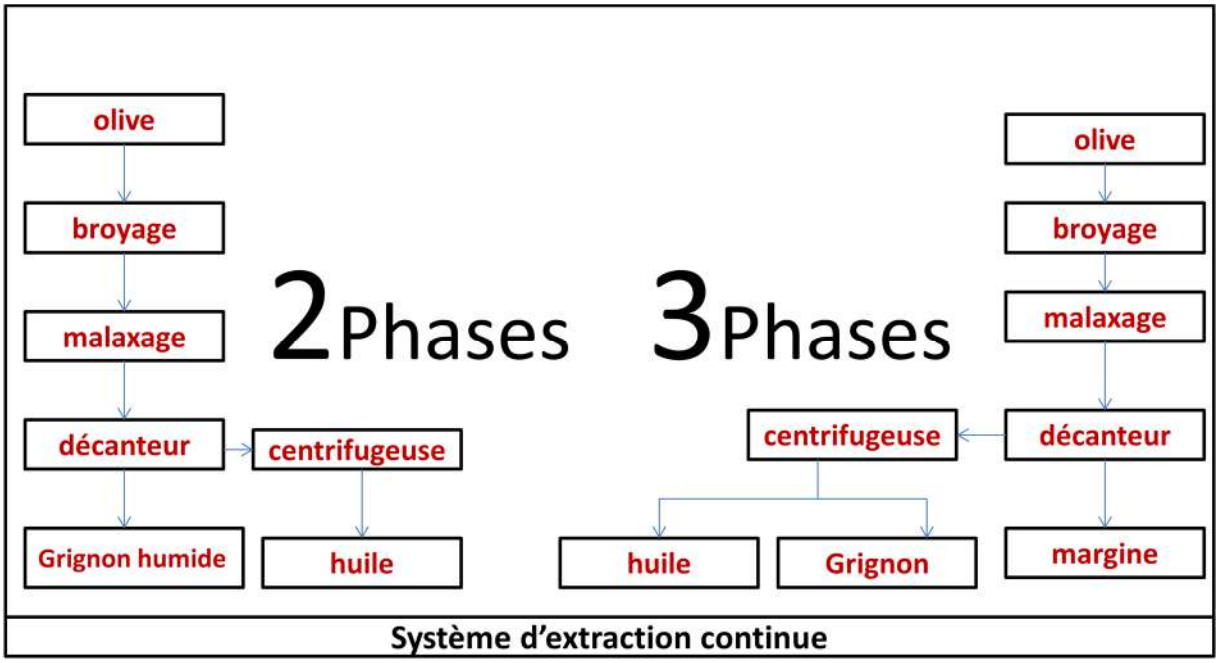


Figure (3) : Système d'extraction continue à deux et trois phases **[12].**

I.6.2.2. Comparaison entre les deux systèmes

Les nouvelles technologies de systèmes d'extraction à deux phases générant moins d'effluents liquides ont été mises à disposition de l'industrie oléicole, mais elles n'ont pas pour autant résolu le problème en raison du lourd investissement et du surcout de traitement des grignons humide, ce qui a conduit à la mise en place du projet **[12].**

Tableau (3) : Comparaison entre les méthodes du système continu **[12].**

Technologies d'extraction de l'huile	Deux phases	Trois phases
Le système	Nécessite moins d'eau mais engendre des quantités importantes de grignons humides difficiles à exploiter (séchoirs indispensables)	Génère des quantités importantes d'effluents liquides (margines) polluants
Eau (L/100Kg d'olive)	8	90-110
Grignon (Kg/100Kgd'olive)	70-80	45-55
Humidité des Grignons%	55-65	40-55

I.6.2.3. Système de presse, ou système traditionnel

Consiste à presser la pâte à l'aide de presses hydrauliques. Il s'agit d'un système "discontinu", dû à la nécessité de procéder selon des "charges" ou des cycles de presse
Séquentiels Prévention de la pollution dans la Production d'huile d'olive.

a) **Broyage** : Il est réalisé par des meules en pierre de granit. Elles tournent dans un bac dont le sol est également en pierre. Les meules utilisées pour le broyage sont légèrement décentrées par rapport à l'axe de rotation, ce qui accentue la possibilité d'écrasement des olives.

b) **Malaxage** : Des raclettes ramènent en permanence la pâte sous les meules qui jouent alors le rôle de malaxeuses. La pâte est obtenue au bout d'une demi-heure environ.

c) **Séparation des phases** : La pâte est placée en couche de 2 cm d'épaisseur environ sur des disques en fibre de nylon (les scourtins), eux-mêmes empilés les uns sur les autres autour d'un pivot central (appelé aiguille) monté sur un petit chariot.

L'ensemble est placé sur un piston de presse hydraulique qui permet de faire subir à la pâte une pression de l'ordre de 100 kg/cm^2. La phase liquide s'écoule dans un bac. Le grignon reste sur les scourtins. Cette opération dure environ 45 min. Ensuite chaque scourtin est débarrassé de son grignon en le tapant comme un tapis.

a) **Décantation** : l'huile ayant une densité inférieure à celle de l'eau (0,920 g/l) remonte à la surface. Il s'agit de la décantation naturelle. Cependant cette méthode n'est presque plus utilisée, en raison de sa lenteur et de la difficulté pour bien séparer l'huile de l'eau

dans la zone de limite entre les deux fluides. Ce sont des centrifugeuses verticales à assiettes qui permettent aujourd'hui de séparer l'huile d'olive des margines **[13].**

Le système d'extraction discontinu est représenté dans la figure 04

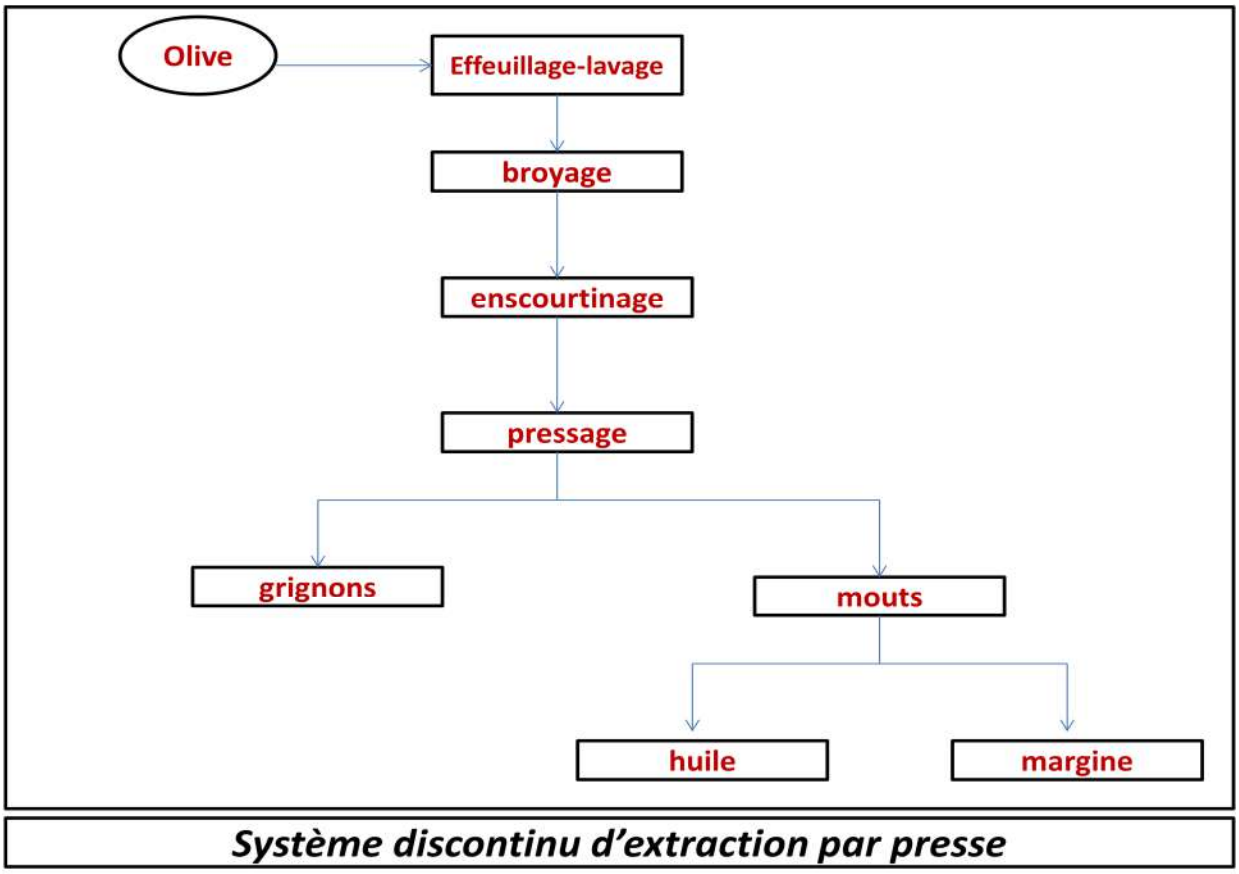


Figure (4): Système d'extraction discontinu **[12].**

II. L'huile d'olive

L'huile d'olive est le produit méditerranéen par excellence. On la retrouve à travers l'histoire, depuis la civilisation grecque jusqu'à nos jours. Elle est la principale source de matières grasses du régime crétois ou du régime méditerranéen qui sont bien connus pour leurs effets bénéfiques sur la santé humaine. Si l'huile d'olive est un produit intéressant d'un point de vue nutritionnel c'est tout d'abord pour sa composition en acides gras. En effet elle est largement insaturée et contient une petite partie d'acides gras essentiels. Outre cette composition particulière en acides gras, l'huile d'olive est surtout intéressante pour ses composés minoritaires tels que les poly phénols. L'intérêt nutritionnel de ces composés phénoliques réside dans leur forte capacité antioxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives

ainsi que les maladies cardiovasculaires. Optimiser leur contenu dans l'huile d'olive présente donc un réel intérêt de santé publique **[15] [14].**

La filière oléicole algérienne est l'une des moins compétitives en Méditerranée, même si le pays est classé 9ème producteur mondial par le Conseil Oléicole International(COI) 2010. Elle a bénéficié de peu d'initiatives de modernisation; l'irrigation, la mécanisation et la fertilisation y sont ainsi faiblement répandues. au contraire, l'huile d'olive algérienne affiche quelques atouts qui peuvent se révéler porteurs s'ils sont valorisés dans le cadre d'une indication géographique: vergers qui s'étendent principalement (80%) dans les terroirs de montagne (grande et petite Kabylie, la région de Jijel et une partie de l'Est algérien), produit différencié et de qualité, diversité variétale, bonne image au niveau national, huile issue d'une culture extensive et respectueuse de l'environnement, et prix élevé du produit pouvant assurer un revenu confortable pour les familles rurales **[16].**

L'opération d'extraction de l'huile d'olive nécessite de grandes quantités d'eau. Par conséquent, cette industrie engendre des quantités importantes de déchets solides (grignons d'olive) et liquides (des margines) **[2].** Selon le procédé utilisé, la quantité de margine produite peut atteindre des valeurs supérieures à 1 litre/kg d'olive **[3].**La grande variété des composantes trouvées dans les margines nécessitent des technologies différentes de traitement pour éliminer les agents polluants ayant des effets nocifs sur l'environnement. Divers procédés sont applicables tels que les traitements biologiques (aérobies, anaérobies), traitements physico-chimiques (coagulation/floculation, filtration sur membrane…) et traitements thermiques (incinération, évaporation,…). Le traitement par des bassins d'évaporation naturelle reste actuellement, la technique la plus usitée en raison de sa simplicité. Néanmoins, elle permet une évaporation partielle et lente de ces eaux et elle provoque des effets néfastes sur le sol **[9].**

II.1. Compositions de l'huile d'olive

L'huile d'olive a une basse teneur en acides gras saturés et une teneur élevée en acides gras mono non-saturés. En moyenne, on estime qu'elle est composée de 14% d'acides gras saturés, 11% de poly non-saturés et 60-80% d'acide oléique. D'ailleurs elle contient des poly phénols, de la vitamine E de flavonoïdes, de la provitamine A, des minéraux et des micro-éléments. Certains de ces ingrédients fonctionnent comme antioxydants non seulement pour le corps humain mais pour le « corps » de l'huile d'olive aussi bien. Les antioxydants protègent le

corps humain contre les dommages qui proviennent de l'oxydation par les radicaux libres, tandis qu'ils protègent en même temps l'huile d'olive contre l'oxydation (rancidité).

L'huile d'olive, comme toutes les huiles végétales, est constituée par une fraction liposoluble [les triglycérides] puis une fraction non liposoluble [composants secondaires].

La fraction liposoluble correspond à 99% de l'huile d'olive. Les acides gras qui composent les triglycérides de l'huile d'olive varient, et en partie ils dépendent de la région de provenance de l'huile d'olive. Les limites, qu'ont été posées par le Conseil Oléicole International [COI] sur la composition des acides gras, sont les suivantes:

Types d'Acides Gras Limites

Acide palmitique 7,5 – 20 %

Acide palmitoléique 0,3 – 3,5 %

Acide stéarique 0,5 – 5,0 %

Acide oléique 55 – 83 %

Acide linolénique 3,5 – 21 %

Acide α-linolénique 0,0 – 1,5 % **[18].**

II.2. Production de l'huile d'olive

Le patrimoine oléicole mondial compte actuellement environ 750 millions d'oliviers cultivés sur une superficie de 9,23 millions d'hectares. Les pays méditerranéens comptent 715 millions d'oliviers sur une superficie d'environ 8.16 millions d'hectares, soit 95 % du patrimoine oléicole mondial. **[19-21].**

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens dont le climat est des plus propices à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont par ordre d'importance, les plus gros producteurs d'huile d'olive **[21]** Le patrimoine oléicole algérien est estimé à 32 millions d'oliviers, ce qui représente 4,26% du patrimoine mondial. La production annuelle en huile a atteint 35.000 tonnes et celle de l'olive de table 80.000 tonnes**.** Le trait d'union des opérateurs économiques pour le Renouveau du Monde Agricole et Rural **[22].**

Les principaux pays producteurs sont l'Espagne (pour 44% de la production mondiale), l'Italie, la Grèce, la Syrie, la Tunisie et la Turquie. Avec ses 5200 tonnes produites chaque

année, la France est loin derrière et doit importer 95% de sa consommation, principalement d'Espagne, d'Italie et de Grèce **[23]**.

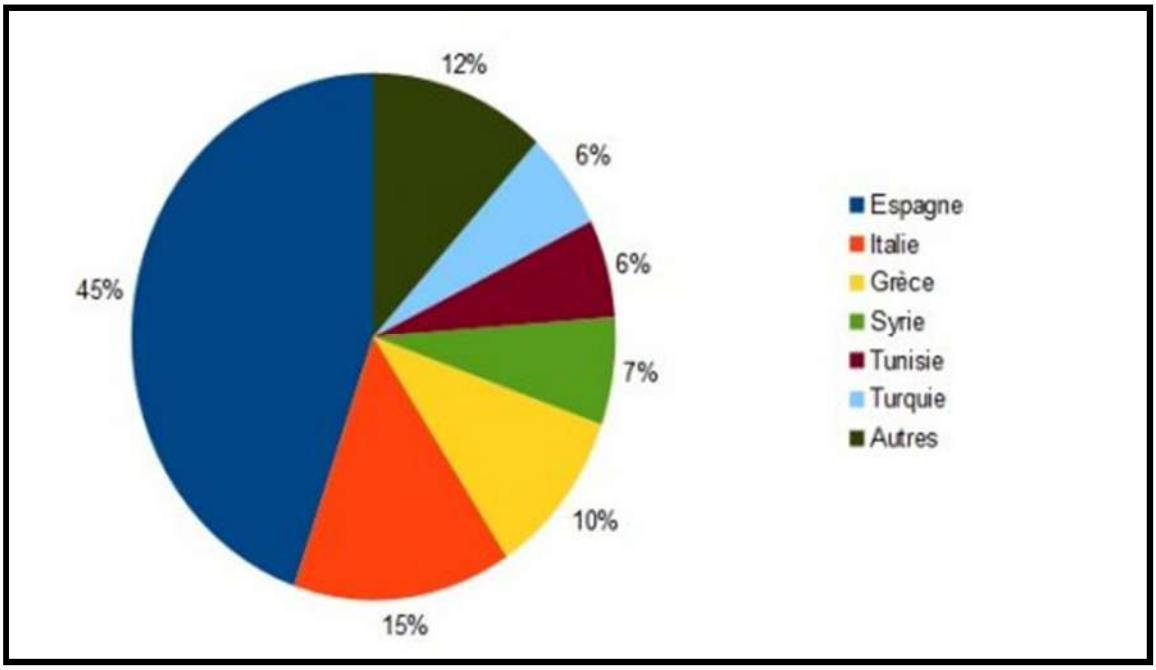


Figure (5) : Principaux pays producteurs d'huile d'olive dans le monde (2012) **(23)**

III. Les margines

Les margines ou eaux de végétation se présentent comme un liquide résiduel aqueux brun. Ce liquide a une odeur agréable mais un goût amer. Cet effluent relativement riche en matières organiques constitue un facteur de pollution qui crée un problème réel à l'industrie oléicole.**[1]** La production d'huile d'olive représente une part importante de l'agriculture algérienne. En effet, l'Algérie dispose de plusieurs unités industrielles pour l'extraction de l'huile d'olive, celles-ci laissent derrière elles quelques rejets solide et liquide **[25].**

III.1. Déchets liquides

- Générés lors du processus de préparation de l'olive destinée au broyage :
- eaux de lavage du fruit
- eaux de rinçage des trémies de stockage
- eaux de végétation de l'olive elle-même
- eaux de nettoyage de l'huile
- eau ajoutée au cours du processus

Dont l'ensemble constitue ce que l'on appelle typiquement les " margines " **[12].**

III.2. Caractérisations et compositions des margines

III.3. L'aspect physico-chimique

Le traitement des margines a montré que celles-ci présentent une composition et un taux de concentration variables qui dépendent en partie de la variété d'olives, de leur lien de culture, de leur degré de mûrissage et en grande partie de leur mélange avec les eaux utilisées dans les phases d'extraction. Cette quantité d'eau varie selon le procédé. Pour cela, la caractérisation physico-chimique des margines est une étape nécessaire avant tout traitement. Elle permet de prévoir et d'orienter les essaies de traitement. Dans le tableau 1, sont portées les grandeurs déterminées sur les margines étudiées.

Tableau (4) : Aspects chimiques des margines **[1, 7, 12, 22, 25]**

Paramètre	valeurs	unité
pH	4,6 à 6	-
Conductivité à 20°C	9,90 à 21,73	$ms.cm^{-1}$
Chlorure	4,20 à 5,32	g Cl^{-1} /l
Oxygène dissous	0,00	g O 2 /l
Matière sèche totale	13,05 à 345,20	g/l
Matière en suspension	2,2 à 9,52	g/l
DCO	155 à 371,40	g O 2 /l
DBO5	70 à 163,40	g/l
Carbone organique total	123,80	g/l
Azote total	2,26 à 68	g/l
C/N	54,80	
Poly phénols	1,27 à 77,30	g/l
Phosphates totaux	0,46	g/l
Calcium	0,035 à 52 à	g/l
Magnésium	3,12 à 20	g/l
Huile et Grass	9,92 à 12	g/l

III.4. Impact des margines sur l'environnement

Les margines sont des eaux considérées très polluantes car ils sont fortement chargées en matières organiques, elles affectent particulièrement la qualité des eaux dans lesquelles elles sont déversées **[26].** Ces rejets liquides causent de sérieux dégâts environnementaux. Les mauvaises odeurs, introduites par les margines, provoquent une pollution considérable de l'air par les gaz produits surtout lors du traitement **[27]**

Ainsi la teneur élevée en poly phénols dans les margines participe fortement à la pollution de l'environnement.

La figure 06 schématise l'effet des margines sur le milieu naturel.

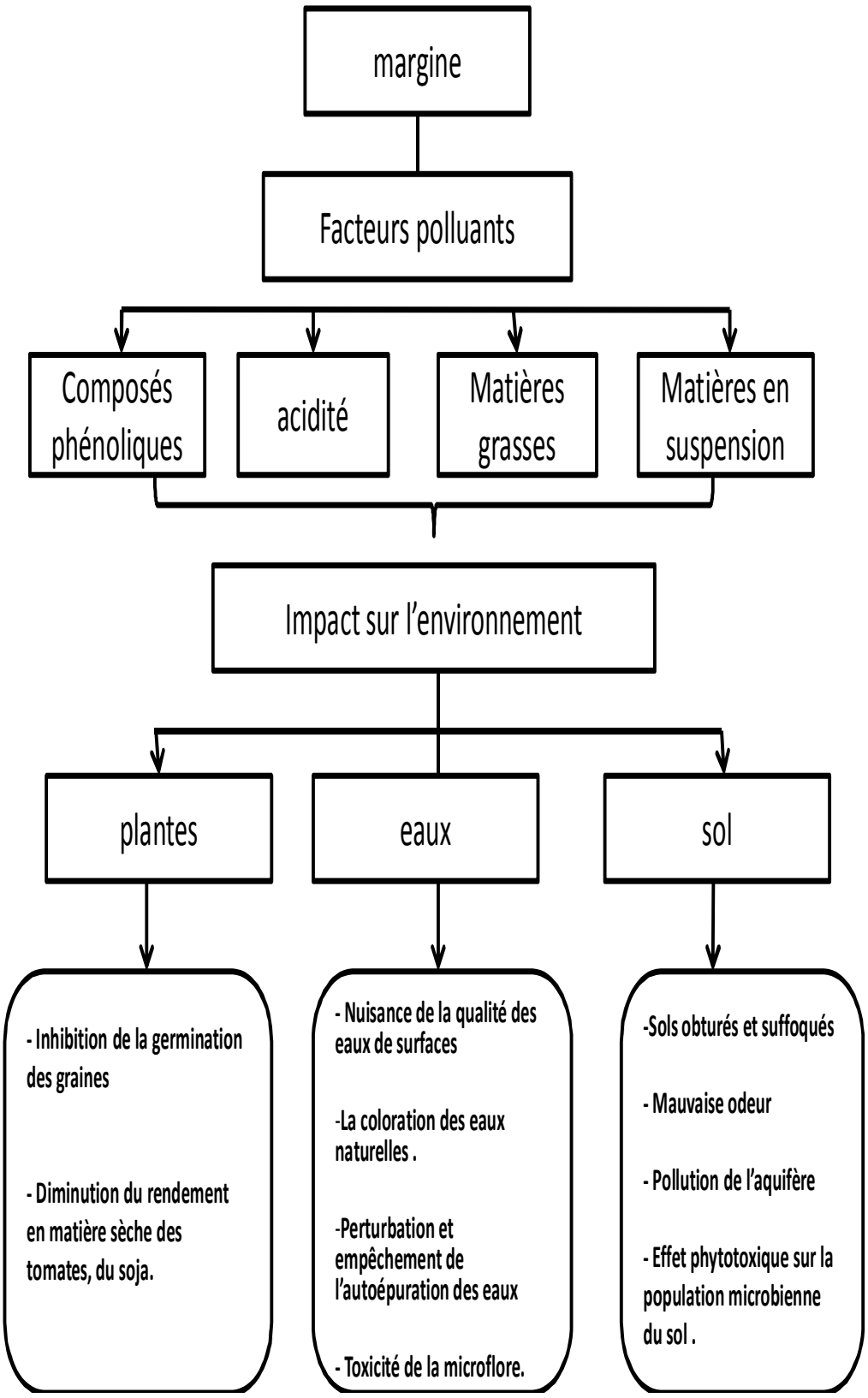


Figure (6) : Conséquences des margines sur le milieu naturel **[1].**

III.5. Traitement des margine

Jusqu'à nos jours, le traitement des margines constitue un problème complexe vue la qualité et la quantité des substances chimiques qu'elles renferment. En effet, l'application d'un traitement simple s'avère insuffisant et incomplet. Plusieurs systèmes d'épuration des margines sont cités dans la littérature. Les procédés de traitement dont nous avons pris connaissance sont nombreux, et il serait difficile de les décrire dans cette synthèse bibliographique. Toutefois, les procédés de traitement envisageables pour l'élimination de la charge polluante des margines peuvent être classés selon trois catégories, et peuvent être utilisés seuls ou combinés **[1]:**

- procédés physiques.
- procédés chimiques.
- procédés biologiques.

- III.5.1. Procédés physiques

- **Processus thermiques :** Distillation, Evaporation, Séchage, Incinération**.**
- **Techniques membranaires :** Les margines peuvent être aussi traitées par des techniques membranaires. Ces Processus se basent sur l'utilisation de membranes de filtration qui permettent la séparation Des substances dissoutes selon la taille des particules et la charge électrique. Parmi les processus on peut citer : l'ultrafiltration, Osmose inverse, Electrodialyse **[37]**

III.5.2. Procédés chimiques

- **Coagulation-floculation :** Obtenu des réductions de 35% et de 31% de la matière organique en utilisant respectivement des sels de fer et des sels d'aluminium.
  La coagulation par la chaux a donné une réduction de la DCO de 40 à 50%.

- III.5.3. Procédés biologiques : Traitement aérobie, traitement anaérobie **[37].**

III.6. Valorisation des sous produits

La production d'olive destiné à l'obtention d'huile d'olive est principalement concentrée dans les pays du bassin méditerranéen, l'opération d'extraction de l'huile en huilerie génère une forte quantité de sous-produits et de résidus (grignons et margine) appelant une gestion spécifique, afin de minimiser, valoriser ou atténuer son potentiel impact négatif sur l'environnement.

Ces dernières années, on a observé des phénomènes de concentration des huileries. Ce qui a entrainé une augmentation de sa dimension. Et donc de plus hautes exigences de gestion des résidus et des sous produit, d'autre part une évolution technologique a eu lieu dans le secteur ; cette évolution est principalement centrée sur l'apparition des systèmes continus d'extraction, qui ont entrainé la mise en place de nouvelle stratégie de gestion dans ce domaine. La demande de solutions technique et économiquement fiables et évidente dans ce secteur et ceci dans toute la région méditerranéenne **[11]**.

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens producteurs d'huile d'olive avec un taux de production de 45 mille tonne/an, elle compte environ 1532 huilerie(2011), cette activité oléiculture a pour conséquences d'importants problèmes environnementaux. En effet le processus d'extraction de l'huile d'olive engendre de grandes quantités estimées de margine et de grignons (voir tableau ci-dessous).

Tableau (5) : Estimation quantitatif des sous produit **[12].**

Produits /sous produits	**quantité**
Huile d'olive	Environ 45,000 t/an
Grignons (résidus solides)	Environ 168,000 t/an
Margine (résidus liquides)	Environ 348,000 t/an

La constitution des sous produits de l'olivier et leurs constitutions dépendent largement des systèmes d'extraction utilisés.

III.7. Devenir des sous produits de l'huile d'olive en Algérie

- ✓ Epandage des grignons dans les vergers.
- ✓ Compostage (engrais et fertilisants).
- ✓ Production des protéines unicellulaires.
- ✓ Production des enzymes.
- ✓ Valorisation dans l'alimentation animale.
- ✓ Production du biogaz **[28].**

III.7.1. L'épandage des grignons

Il se fait à l'aide d'une citerne à débit réglable actionnée par un tracteur.

Période : En hiver (Décembre à février) pour les espèces fruitières et au moins un mois à 45 jours avant le semis pour les cultures annuelles.

Objectif : Enrichir le sol en éléments fertilisants.

Culture cible : Olivier, vigne, arbres fruitières et cultures annuelles : sorgho ; tournesol ; mais ; blé et orge **[12].**

III.7. 2. Compostage des margines

Les margines peuvent être utilisées pour obtenir un compost fertilisant pour les sols. Le compostage des margines a été réalisé traditionnellement en Espagne dans des bassins d'évaporation **[29].** La technique consiste à ajouter aux margines toutes sortes de résidus Secs, agricoles ou forestiers, et le mélange subit une fermentation aérobie-anaérobie. Ensuite, un séchage partiel et un conditionnement sous forme de pellette sont effectués. Le produit Ainsi obtenu est utilisé comme engrais. L'avantage du compost formé à partir des margines est l'absence des micro-organismes pathogènes avec des concentrations élevées en phosphore et en potassium contrairement aux résidus solides urbains. Ont mis en œuvre un procédé permettant la biotransformation des margines en engrais. Les margines sont mélangées avec la paille de blé, et compostées sous aération forcée.

III.7.3. Production des protéines d'organismes unicellulaires (POU)

L'obtention des protéines unicellulaire constitue une des solutions optimale pour la valorisation des effluents d'huileries d'olive. La plupart des procédés appliqués sont basés sur l'utilisation des levures capables de transformer les substances organiques en biomasse à haut contenu en protéines et vitamines de grande valeur pour l'alimentation animale et même humaine.

L'usage des microorganismes pour la production des POU peut être considéré comme un prétraitement pour les eaux résiduelles à charge organique élevée, permettant d'obtenir d'une part, une diminution de 50 à 70% de la charge polluante et d'autre part, une biomasse protéique qu'on peut utiliser pour l'alimentation animale **[7].**

III.7.4. Production d'enzymes

Les margines peuvent servir aussi comme milieu favorable pour la production d'enzymes par des micro-organismes. La culture de *Cryptococcus albidus* sur les margines pendant 48 heures élimine un taux important de la matière organique tout en produisant de la biomasse et des

enzymes . L'addition de 2 litres d'une solution de ces enzymes concentrées par ultrafiltration pendant un cycle de broyage augmente le rendement de l'huile de 84,3 à 90,7%.

La production de l'enzyme laccase par la culture de deux champignons *Coriolus versicolor* et *Funalia trogii* sur les margines a été étudiée. Cette étude a montré que l'addition des tiges du coton augmente significativement l'activité laccase (phénol oxydase) **[7].**

III.7.5. Alimentation animale

Les margines ont été utilisées directement comme aliment pour le bétail. Cependant, cette pratique reste à risque, en raison des taux élevés en sodium et en composés phénoliques pouvant engendrer un effet antitrypsique. De même, elles ont été fournies aux volailles à la place de l'eau potable. Cette expérience a montré qu'il y avait un léger abaissement du taux de mortalité de ces animaux.

L'apport des margines déshydratées a provoqué des diarrhées chez les ruminants. Le procédé décrit par Martillotti (1993) semble remédier au problème. Il consiste à mélanger 50 kg de margines avec 20 kg de grignons et 12,6 kg de divers résidus et sous produits agricoles pour réduire l'effet inhibiteur des composés phénoliques **[7].** Ceci produit 29 kg d'aliments.

Malgré les multiples procédés testés pour le traitement et la valorisation des margines, seulement quelques-uns sont appliqués à l'échelle industrielle en raison du coût élevé des installations **[7].**

III.7.6. Production du biogaz

1 m^3 de margine à 70 kg de Demande Chimique en Oxygène (DCO) produit quelque 24,5 m^3 de méthane. L'énergie du méthane peut être utilisée sous la forme thermique ou convertie en énergie électrique.

Ainsi, pour une huilerie équipée avec un système de trituration «continu», dont la capacité de broyage est de 35 tonnes/jour, la production de margines est de l'ordre de 50 mètres cubes/jour. Ce qui rapporte une production de 1368 m^3 de biogaz/jour (soit 57 m^3/h).Ce biogaz peut être utilisé pour la production d'énergie électrique, avec des moteurs à combustion interne, pour obtenir 1,5 KWh et 50 litres d'eau à une température de 80°C. Ceci représente une production de 85,5 KWh et 2850 litres d'eau à 80°C par heure. **[29]**

I. Etude physico-chimique des margine

I.1. Echantillonnage

Les margines utilisées dans cette étude provient de deux régions :

- **Le premier échantillon** a été prélevé d'une huilerie industrielle (extraction à presse discontinu nouveau modèle) située dans la commune de Bouskène (Médéa) où les olives utilisés sont de la même région et qui sont des olives de couleur noir dont la collecte réalisée pendant la période automnale (novembre 2014).
- **Le deuxième échantillon** a été prélevé d'une huilerie industrielle (extraction à presse discontinu ancien modèle) située dans la commune de Skikda où les olives utilisés sont de la même région et qui sont des olives de couleur noir dont la collecte réalisée pendant la période hivernale (décembre-janvier 2015).

Les échantillons sont introduits dans des bouteilles en plastique et, une fois au laboratoire, ils sont stockés à l'obscurité dans un environnement non oxygéné à 4°C.

II. Méthodes et analyses

Les analyses ont été réalisées au niveau des laboratoires suivants : laboratoire d'analyse physico-chimiques de l'université de Dr Yahia Fares de Médéa ; laboratoire de l'Office Nationale d'Assainissement unité de Médéa et laboratoire d'analyse de la qualité et de la conformité « LABO- BIO- QUAL » Blida.

Tous les essais ont été réalisés trois fois pour confirmation des résultats. Les techniques utilisées pour la caractérisation des margines sont représentées ci-dessous.

II.1. L'acidité pH

Le pH a été mesuré pour trois échantillons (brute ; filtré et centrifugé). Un pH-mètre (HANNA Instrument) est utilisé pour cette analyse dans un bécher contenant 50 ml de margine.

II.2. Conductivité

La conductivité caractérise la résistance au passage du courant. La conductivité électrique est mesurée par un conductimètre (HANNA Instrument), elle est exprimée en $mS.cm^{-1}$. La sonde de conductimètre, une fois rincé, est plongé dans un bécher contenant 30 à 50 ml de margine à analyser.

II.3.Turbidité

La mesure de la turbidité est effectuée par néphélométrie a l'aide d'un turbidimètre optique de type WTW turb 550 (HANNA Instruments).

II.4. Matières en suspension (MES)

Les MES sont déterminées par centrifugation d'un volume de 100 ml d'échantillon à 3200 trs/min pendant 20 minutes. Le culot est mis dans une capsule en porcelaine préalablement pesée puis séché à l'étuve à 105°C pendant 24 heures. La différence entre le poids de l'échantillon séché et celui de la coupelle détermine le taux de MES. Il est exprimé en $g.l^{-1}$.

La teneur en MES est calculée à partir de la formule suivante :

$$[\boldsymbol{MES}]\ (\boldsymbol{g/L}) = \frac{(\boldsymbol{M2 - M1})}{VE}$$

M2 : masse de capsule et culot après séchage (g),

M1 : masse de capsule vide (g),

V_E : volume de margine centrifugé (L)

II.5. Matière sèche (MS)

La matière sèche est constituée par l'ensemble des substances organiques et inorganiques, en solution ou en suspension, contenues dans les margines. La détermination de leur MS consiste à évaporer un échantillon de 0,1 L dans une bêcher à 105°C pendant 24 heures. Elle est exprimée en $g.L^{-1}$.

La teneur en MS est calculée à partir de la formule suivante :

$[\boldsymbol{MS}]\ (\boldsymbol{g/L}) = \frac{(\boldsymbol{M4 - M3})}{\boldsymbol{VE}}$: Volume de margine

M3 : masse de bécher vide (g).

M4 : masse de bécher avec margine après évaporation (g).

II.6. La teneur en eau (TE)

Ou humidité est déterminée comme suit :

$$\textbf{[TE]}\ (\%) = \frac{(\boldsymbol{M5-M4})}{(\boldsymbol{M5-M3})} \times \boldsymbol{100}$$

M5 : masse de bécher avec margine (g).

II.7. Matières minérales et matières volatiles

Pour la détermination des matières minérales et volatiles. La margine est centrifugée à grande vitesse comme pour le cas des MES. Après récupération du culot est le séchage à 105°C, le culot est mis au four à moufle à 525°C pendant 2 heures.

La teneur en matières minérales en suspension est donnée par la formule suivante :

$$\textbf{[MMS](g.L}^{-1}\textbf{)} = \frac{(M7 - M1)}{VE}$$

M7 : masse de capsule avec culot à la sortie de four (g).

La différence entre les concentrations des MES et MMS représente les matières volatiles MVS.

$$\textbf{[MVS](g.L}^{-1}\textbf{) = [MES]-[MMS]}$$

II.8. Dosage des sucres totaux

Les sucres totaux sont déterminés par spectrophotométrie, selon la méthode de Dubois **[30].**

Les sucres simples, oligosaccharides, polysaccharides et leurs dérivés réagissent avec le phénol et l'acide sulfurique concentré et donnent une coloration jaune-orange. La réaction est sensible, et la coloration reste stable pendant plusieurs heures. Pour les margines (diluée 10 fois), 1mL de l'échantillon est mélangé à 1 ml d'une solution phénolique (5%) et 5mL d'acide sulfurique concentré (96%) et le mélange est agité immédiatement. Les tubes sont placés au bain-marie à 30-40°C pendant 20 minutes puis refroidis sous eau glacée, les tubes sont conservés à l'obscurité pendant 10 min. Les sucres réagissent avec le phénol et l'acide sulfurique concentré et donnent une coloration jaune-orange. La densité optique est mesurée à 490 nm. La concentration des sucres totaux est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage d'une solution de glucose à des concentrations allant de 10 à 100 $g.l^{-1}$.

II.9. Demande biologique en oxygène

Demande biochimique en oxygène. Cette valeur est la quantité d'oxygène (donnée en g O_2/l) que des bactéries utilisent pour oxyder totalement en CO_2 des substances organiques dans l'eau, en un temps donné, à l'aide de leur système enzymatique. La DBO est une mesure de la teneur dans l'eau en substances biochimiquement dégradables. D'une manière simplifiée, on peut décrire par la réaction suivante :

$$\textbf{Substances organiques + } O_2 \xrightarrow{Bactéries} \textbf{CO}_2\textbf{+ H}_2\textbf{O + biomasses}$$

La **DBO5** est déterminée dans une enceinte **thermostatée** à 20°C en obscurité et pendant 5 jours. Les échantillons de margines ont été préalablement dilués, ensemencés par des eaux usées urbaines et leur pH a été ajusté à pH neutre. La dilution des margines par des eaux usées urbaines a été réalisée dans le but d'améliorer l'activité biologique dans le filtre. Le choix du pourcentage de dilution (50 %) des margines brutes par des eaux urbaines est basé sur une étude préalable du pH et de la quantité d'oxygène consommée au 5^{eme} jour dans les différents mélanges ajustés à pH neutre, à 20 °C et à l'obscurité à l'aide d'un DBO-mètre.

DBO_5 (g d'O_2/l) = Valeurs lues × facteur dilution

II.10. Demande chimique en oxygène

La valeur de la DCO caractérise la quantité de substances chimiquement oxydables présentes dans l'eau. C'est l'un des paramètres indicateurs de pollution. Il s'agit de la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder principalement les composés organiques présentes dans l'eau. Les substances organiques sont traitées chimiquement dans des conditions d'oxydation très sévères, de façon à estimer aussi celles qui sont difficilement dégradables biologiquement (composés phénoliques,..).

La DCO se fait essentiellement avec le bichromate de potassium $K_2Cr_2O_7$ dans une solution d'acide sulfurique H_2SO_4portée à ébullition à reflux pendant 2 heures (à température 170°C) en présence d'ions Ag^+(Argent) comme catalyseur d'oxydation et de sulfate mercurique permettant de complexer les ions chlorures

Dans ces conditions 90 à 95 % des composés organiques sont oxydées d'une manière simplifiée qu'on peut décrire par l'équation :

$$\text{Composés organiques} + Cr_2O_7^{2-} \xrightarrow[H^+]{catalyseure} CO_2 + H_2O + Cr^{3+}$$

Qui est équivalente en terme de DCO à :

$$\text{Composés organiques} + \text{Oxygène} \longrightarrow CO_2 + H_2O + \text{Ions minéraux.}$$

Cette mesure comprend deux étapes :

1. étape d'oxydation chimique des matières réductrices contenues dans l'eau, par excès de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) , en milieu sulfurique (H_2SO_4) et en présence de sulfate d'argent (Ag_2SO_4) et de sulfate de mercure ($HgSO_4$), à ébullition et reflux pendant 2 h dans un tube muni d'un réfrigérant.

2. étape de dosage de l'excès de dichromate de potassium par sel de Mohr après minéralisation en présence de ferroïne, indicateur redox. La DCO correspond à la quantité de dioxygène, provenant de la réduction de dichromate nécessaire pour oxyder les matières oxydables.

Pour chaque échantillon, 1 ml est prélevé dans une de 100 ml en complétant par l'eau distillée jusqu'au tri de jauge. Les échantillons vont être transférés dans les tubes du DCO-mètre, dans chaque tube il est introduit 5 ml de dichromate de potassium qui contient 0,4 g de sulfate mercurique. Quelques granules régulateurs d'ébullition vont aussi introduit. Après agitation, 15 ml d'acide de sulfate d'argent vont être versé lentement et avec précaution en agitant soigneusement les tubes et en les refroidissant sous un courant d'eau froide. On porte à ébullition pendant 2 h dans un bloc chauffant.

Après refroidissement 75 ml d'eau distillée vont être ajouté. A température ambiante, l'excès de dichromate est titré par la solution de sel de Mohr de normalité C_{Fe} en présence de 1 à 2 gouttes de ferroïne (virage bleu-vert à brun-rouge), le volume sera noté V_E. Un essai à blanc est aussi réalisé en remplaçant les 10 ml de la prise d'essai par de l'eau distillée. Le volume V_T correspond au volume nécessaire pour réduire la totalité de dichromate dans l'échantillon d'essai à blanc (témoin) **[7]**.

La demande chimique en oxygène DCO est donnée par la formule suivante :

$$\textbf{DCO (mg d'O}_2\textbf{/l)} = \frac{8000 \times C_{Fe}(V_T - V_E)}{E}$$

II.11. Ion Ammonium NH_4^+

Les ions ammoniums sont dosés par la méthode d'indophénol. En milieu alcalin et en présence de nitroprussiate de sodium comme catalyseur, ils réagissent avec le phénol et l'hypochlorite de sodium, et forment le bleu d'indophénol susceptible d'un dosage colorimétrique. La lecture de la densité optique au spectrophotomètre se fait à une longueur d'onde de 630 nm.

La concentration des ions ammoniums est déduite à partir d'une gamme étalon d'une solution de NH_4Cl à des concentrations comprises entre 1 et 10 mg de $NH4^+$.

II.12. Teneure en matière grasse

La quantité en matières grasses résiduelles présente dans les margines, dépend du système d'extraction d'huile d'olive. Le processus de centrifugation permet d'obtenir des taux faibles par rapport au processus traditionnel. La méthode de Chloroforme / méthanol pour détermination de la teneur en matière grasse des margines est celle décrite par **[31].**

A 100 ml de margines, 75 ml de chloroforme et 100 ml du méthanol sont ajoutés. Après agitation suivie d'une décantation, le mélange est divisé en deux phases. La phase supérieure Constituée de margines et de méthanol est éliminée, alors que la phase inférieure contenant le chloroforme et les lipides soluble est évaporée dans un rota vapeur. Le chloroforme s'évapore et les lipides sont récupérés. Le volume de lipides obtenu est évalué en pourcentage par rapport au volume de margines utilisé.

$$\textbf{[MG]}\ (\%) = \frac{V\,(MG)}{V(M)} \times 100$$

V (MG): volume de matière grasse

V (M) : volume de margine

II.13. Analyse microbiologique

II.13.1. Coliforme fécaux: sont des indicateurs de qualité hygiénique (contamination fécale). Le dénombrement est effectué sur milieu (éosine méthylène bleu) après 48 h d'incubation à 44°C.

II.13.2. Streptocoque fécaux : sont également des témoins d'une contamination d'origine fécale. Les boites sont incubées à 37°C pendant 48heures.

III. Résultats d'analyses et discussion

Les résultats des différentes analyses sont exprimés ci-dessous.

III.1. L'acidité (pH)

Pour le pH, les mesures ont été effectuées pour trois échantillons : brute ; filtré et centrifugé. Les valeurs enregistrées dans notre étude se trouvent dans la limite de la fourchette citée dans la littérature (4,5 à 6).

Tableau (6) : valeurs moyennes des pH obtenus

		Valeurs de pH obtenues	
	Echantillon de margine	Echantillon de Médéa	Echantillon de Skikda
1	Margine brute	5,7	4,88
2	Margine filtrée	5,5	5,8
3	Margine centrifugée	5,4	5, 4

L'analyse de pH a été effectuée pour les différents échantillons selon trois cas (margines brutes, filtrées, centrifugées) pour identifier clairement l'effet des impuretés sur le pH de la margine.

Les margines sont donc des effluents acides, en raison de la présence des acides organiques (acides phénoliques, acides gras, etc.…). Cette acidité présente à la fois des effets sur la flore et des risques de corrosion des conduites et des ouvrages. L'acidité des margines a été confirmée par plusieurs chercheure dont les valeurs de pH sont compris entre 4,6 à 6 **[32, 33, 34, 35, 36].** Ainsi que Niaounakis et *al.* (2004) ont constaté que certaines margines peuvent avoir un pH fortement acide d'une valeur de 3 **[32].**

III.2. Conductivité

Les margines étudiées ont une conductivité électrique élevée de l'ordre de 12,13 $mS.cm^{-1}$ pour l'échantillon de l'huilerie de Médéa et 14,32 $mS.cm^{-1}$ pour l'échantillon de Skikda. Ces valeurs reflètent la teneur élevée en sels présents dans ces effluents. En effet, en plus de la richesse naturelle en sels minéraux, les olives sont conservées au niveau des usines dans le sel commercial (NaCl), ce qui confère aux margines une forte conductivité électrique **[37]**

III.3. La turbidité

Les valeurs de la turbidité sont respectivement **102 NTU** et **212 NTU** pour les échantillons de Médéa et Skikda. La turbidité empêche la pénétration de la lumière dans les margines, elle est causée essentiellement par la présence des matières en suspension (algue, plancton, argile, limon….).

La différence entre les deux valeurs est due principalement à cause du système d'extraction qui est plus ancien dans l'unité de Skikda ce qui ne permet pas a une bonne extraction induisant la présence du fruit dans la margine et d'autres part par la nature du fruit et la région qui est de coloration vert à noir pour l'unité de Médea et totalement noir pour l'unité de Skikda.

III.4. DBO_5 et DCO

Les margines sont très riches en matières organiques exprimés en terme de **DBO_5** (demande biologique en oxygène) et **DCO** (demande chimique en oxygène). Les valeurs obtenues pour l'huilerie de Médéa sont de l'ordre de 20 g d'O_2.L^{-1} (DBO_5) et 345,6 g d'O_2.L^{-1} (DCO), pour l'huilerie de Skikda nous avons trouvés 15 g d'O_2.L^{-1} (DBO_5) et 326,4 g d'O_2.L^{-1} (DCO). Ces résultats montrent la forte demande en oxygène pour l'oxydation complète de la matière organique contenue dans ces effluents. La demande chimique en oxygène et la demande biochimique en oxygène ont été étudiés par Panizza et al. (2006) où ils ont trouvé des valeurs de 50 à 200 g d'O_2.L^{-1} et de 12 à 60 g d'O_2.L^{-1} respectivement **[36]. Aissam** a trouvé une valeur de 154 g d'O_2.L^{-1} (DCO) pour une margine d'une huilerie moderne **[37].**

Nous avons remarqué que le taux DCO/DBO_5 est trop élevé ce qui exprime la difficulté du traitement de ces effluents.

III.5. Teneur en Matière grasse

Selon les résultats obtenues (**37% (v/v)** pour les margines de l'huilerie de Médéa et **22% (v/v)** pour l'huilerie de Skikda) nous pouvons dire que les deux échantillons de margines ont un aspect visqueux à cause de la grande teneur en matière grasse. Certains chercheurs ont montrés que les margine des huileries modernes contient une faible quantité de matière grasse par rapport aux margines issues des huileries traditionnelles **[38],** ce qui confirme que la teneur en matière grasse dépend du système d'extraction d'huile d'olive et certainement du fruit lui même.

(v/v) : volume de matière grasse/volume de margine.

III.6. Ions ammonium NH_4^+

La présence des ions d'ammonium dans la margine indique le degré d'auto-épuration.

Les margines étudiés représente une faible concentration en ion ammonium, dont les valeurs sont de 0,016 $g.l^{-1}$ pour la margine de Médéa et 0,015 $g.l^{-1}$ pour les margines de Skikda.

Ce résultat suggère que la biodégradation de ces effluents est faible est très limitée. Notre résultat est comparable avec celui de Aissam (2003) **[37].**

III.7. MES, MS, MMS, MVS

Les margines sont très riches en matières en suspension, ce qui montre la richesse de notre margine en matière organique et minérale.

Les valeurs moyennes de ces paramètres sont représentées dans le tableau ci-dessous :

Tableau (7) : Valeurs des MES, MS, MMS et MVS

	Echantillon de Médéa	Echantillon de Skikda
MES ($g.l^{-1}$)	18,8	3,7
MS ($g.l^{-1}$)	7,9	4,9
MMS ($g.l^{-1}$)	0,2	1,6
MVS ($g.l^{-1}$)	18,6	2,1

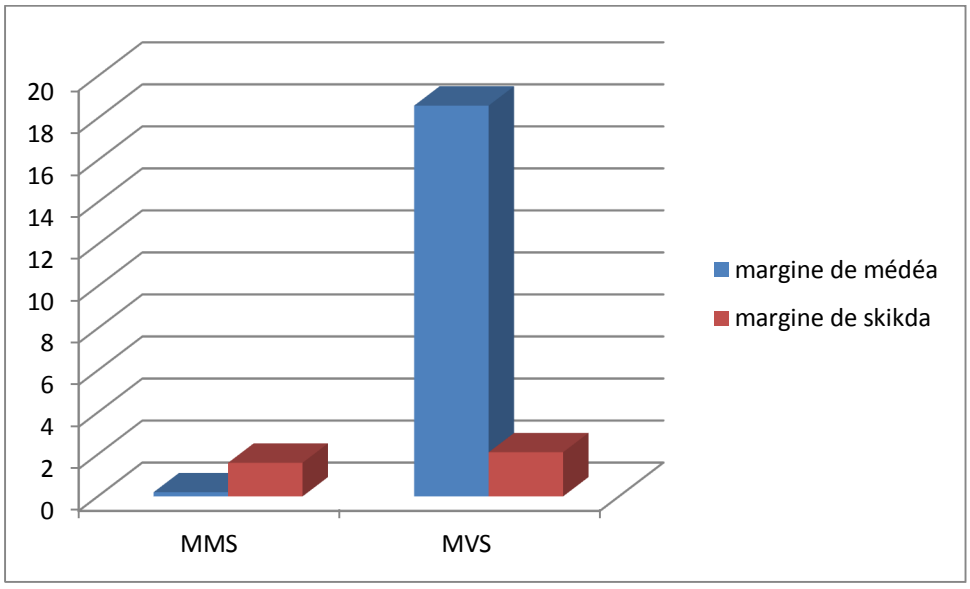


Figure (7) : valeurs du MMS et MVS

La teneur moyenne des margines en matières minérale en suspension et en matière volatile en suspension est de 0,2 $g.l^{-1}$ et 18,6 $g.l^{-1}$ respectivement pour l'échantillon de Médéa. Concernant la margine de Skikda sont de l'ordre de 1.6 $g.l^{-1}$ et 2.1 $g.l^{-1}$

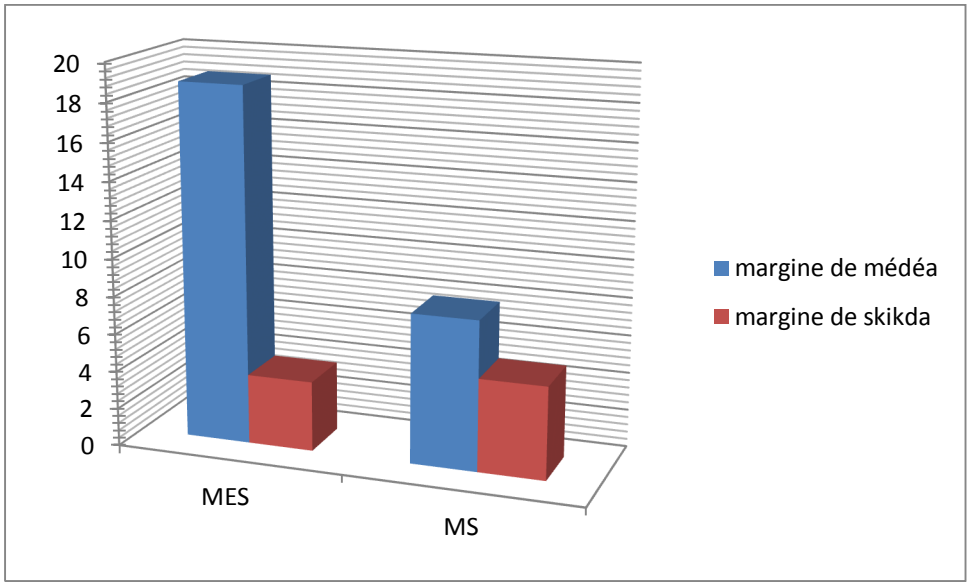


Figure (8) : valeurs du MES et MS

La teneur des matières en suspension de nos échantillons est de 18,8 $g.L^{-1}$ pour l'échantillon de Médéa, il s'agit d'une huilerie moderne ce qui résulte des fines particules qui reste en suspension pour une longue période, 3,7 $g.L^{-1}$ pour la margine de Skikda dont l'équipement d'extraction très ancien qui ne presse pas bien le fruit et qui ne permet pas la forte présence des fines particules.

Les margines sont très riches en matières en suspension, leur teneur présente dans le margines dépend du système d'extraction d'huile d'olive utilisé. Ainsi que Niaounakis et *al.* (2004) ont montré que la valeur des matières en suspensions est comprise entre 0,4 $g.L^{-1}$ et 2,5 $g.L^{-1}$ **[32].**

Esra et *al.* (2000) trouvent une valeur de 2,7 $g.L^{-1}$ **[39]** et Sampaio et *al.* (2011) ont prouvé que certaines margines peuvent avoir des valeurs plus élevées jusqu'à une teneur de 3,9 $g.L^{-1}$ des matières en suspensions **[40].**

La teneure en matière sèche est de 7,9 $g.L^{-1}$ pour margine de Médéa et 4,9 $g.L^{-1}$ pour la margine de Skikda cette déférence due a cause du système d'extraction **[7].**

III.8. Teneur en eau

Pour l'échantillon de Skikda on a trouvé 94,75%, et 8,5% pour la margine de Médéa, Ces pourcentage dépend de la quantité d'eau ajouté au olive durant le processus d'extraction. La

faible présence d'eau dans la margine de l'unité de Médéa est due principalement au non ajout d'eau et la margine est de forme huileuse complètement, ce qui montre que cette faible présence d'eau résultante du fruit principalement et lors le lavage du fruit.

III.9. Sucre totaux

La grande quantité des sucre totaux indique la fraicheur des margine, Les sucres totaux présent dans notre cas sont de faible quantité 2 $g.l^{-1}$ pour margine de Médéa et 1,25 $g.l^{-1}$ pour margine de Skikda, c'est-à-dire leur utilisation par les micro-organismes afin de produire l'énergie pour leur activité.

La figure 10 représente la courbe d'étalonnage des sucres totaux :

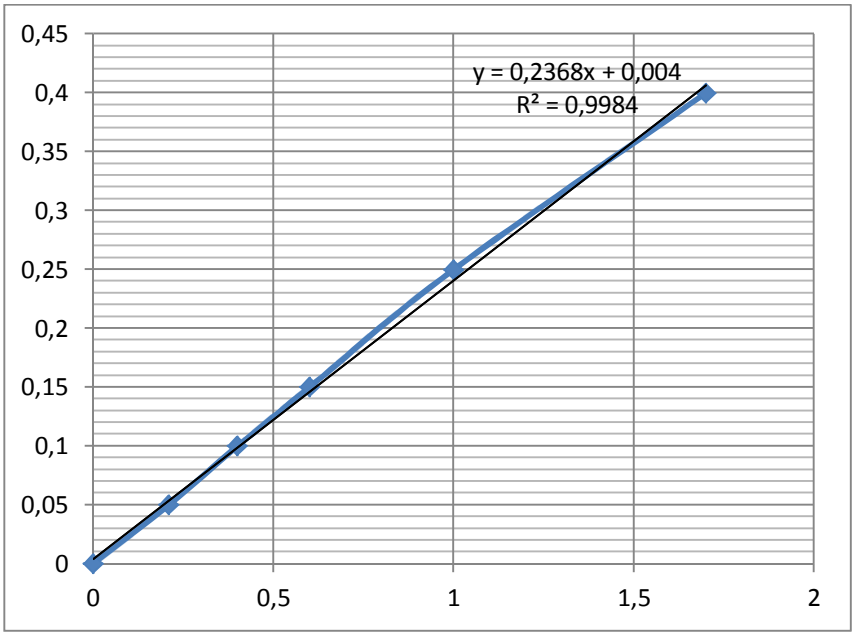


Figure (9) : courbe d'étalonnage des sucres totaux

Chiavola et *al*. (2013) ont trouvé une teneur de 1,6 $g.L^{-1}$ en sucres. Lopez et *al*. (1996) ont montré que la teneur en sucres totaux dans les margines peuvent être comprise entre 0,1 $g.L^{-1}$ et 8 $g.L^{-1}$ **[41]**.

III.10. Coliformes fécaux et Streptocoques fécaux

Ces germes sont considérés comme indicateurs de contamination fécale, leur présence, cause des nuisances sur les milieux naturels. Les résultats obtenus dans le tableau 08 montrent

l'absence totale de ces germes. A la lumière des résultats obtenus, nous pouvons conclure que les margines de l'unité de Médea ne présentent pas de problème sanitaire et hygiénique contrairement a celles de Skikda.

Tableau (8) : caractérisations microbiologiques des margine

	paramètres	
échantillon	**Coliforme fécaux à 44°C**	**Streptocoque fécaux à 37°C**
Médéa	absence	absence
Skikda	30000 $UFC.L^{-1}$	7000 $UFC.L^{-1}$

Tableau (9) : Récapitulatif des résultats obtenus.

paramètres	Valeurs moyennes					
	Margine de Médéa			Margine de Skikda		
Caractérisations organiques						
L'acidité (pH)	**Brute**	**centrifugé**	**filtré**	**brute**	**centrifugé**	**filtré**
	5,7	5,4	5,5	4,88	5,4	5,8
MES ($g.l^{-1}$)	18,8			3,7		
MS ($g.l^{-1}$)	7,9			4,9		
MVS ($g.l^{-1}$)	18,6			2,1		
DCO ($g.l^{-1}$)	345,6			326,4		
DBO ($g.l^{-1}$)	20			15		
Sucre totaux ($g.l^{-1}$)	2			1,25		
Matière grasse % (v/v)	37			22		
Turbidité (NTU)	102			212		
Caractérisations minérale						
Conductivité électrique ($mS.cm^{-1}$)	12,13			14,32		
Ion ammonium ($g.l^{-1}$)	0,016			0,015		
MMS ($g.l^{-1}$)	0,2			1,6		
Humidité %	8,5			94,75		
Caractérisations microbiologiques						
Streptocoque fécaux à 37°C ($UFC.L^{-1}$)	absence			7000		
Coliforme fécaux à 44°C ($UFC.L^{-1}$)	absence			30000		

Conclusion générale

Au cours de ce travail, l'étude physico-chimique des margines de huilerie a montré que ces effluents sont caractérisés par une forte pollution organique évaluée en terme de DCO (345,6 g d'O2.l^{-1} pour la margine de Médéa et 326,4 g d'O2.l^{-1} pour la margine de Skikda) avec une DBO faible de 15 g d'O2.l^{-1} et 20 g d'O2.l^{-1} pour les unités de Skikda et Médea respectivement. Ceci nous laisse déduire que le taux DCO/DBO_5 est trop élevé ce qui exprime la difficulté du traitement par oxydation chimique de ces effluents et nous laisse envisager un traitement biologique qui peux réduire cette charge polluante avec couplage d'une autre technique de traitement car le pH faible et la présence du phénol inhibent les traitements biologique en général. L'étude microbiologique de ces margines a révélé que ce sont des rejets qui renferment une charge microbienne assez faible par rapport à d'autres effluents industriels (absence des coliforme et Streptocoque fécaux dans l'échantillon de Médéa et faible présence pour l'échantillon de Skikda qui contient des charges de l'ordre de 7000 UFC.L^{-1} et 30000 UFC.L^{-1} en streptocoque fécaux et coliformes fécaux respectivement. La présence de ces deux types de microbes est due principalement a l'exposition des margines à l'air libre lors du stockage et l'ajout de l'eau lors du procédé de l'extraction ainsi que l'eau de lavage de fruit qui est mélangé avec les margine dans le cas de l'unité de Skikda. La présence de faible concentration en sucres (margine de Médéa 2 g.l^{-1} et celle de Skikda 1.25 g.l^{-1}) montre que les microorganismes dans les margines utilisent pour leur métabolisme. L'autoépuration naturelle des margines pourrait être très limitée à cause de la faible concentration en ions ammonium dont les valeurs sont de l'ordre de 0,015 g.l^{-1}.

Cette étude de caractérisation nous a permet de fournir des informations importantes concernant les différents paramètres étudiés, chaque paramètres nous a livré quelques informations concernant la possibilité du traitement et les méthodes, ainsi que sur la valorisation qui reste à étudier (caractérisation phénolique des échantillons).

Références bibliographiques

[1]: Leulmi nassima, « La valorisation nutritionnelle des margines et de leur impact sur la réduction de la méthanogénèse ruminale chez l'ovin », Université Mentouri Constantine, 2011.

[2]: Zenjari B., El Hajjouji H., Ait Baddi G., Bailly J-R., Revel J-C., Nejmeddine A., Hafidi M., « Eliminating toxic compounds by composting olive mill wastewater–straw mixtures », Journal of Hazardous Materials, 138, 433–437, 2006.

[3]: Martinez-Garcia G., Bachmann R.T., Williams C.J., Burgoyne A., Edyvean R.G.J., Olive oil waste as a biosorbent for heavy metals », International Biodeterioration & Biodegradation ,58, 231–238, 2006.

[4]: http://huiles-et-olives.fr/wp-content/uploads/depliants/Histoire.pdf

[5]: Villemur P., Dosba F., « Oléiculture. Evolution variétale et acquisition de la maîtrise des pratiques culturales ». 1996.

[6]: Loussert R. et Brousse G., « L'olivier : techniques agricoles et productions méditerranéennes », éd. Ed. G.P. Maisonneuve et Larose, Paris. 1978, 464 p.

[7]: Gouita M. et **Maklouche M.,** « Caractérisation physico-chimique et microbiologique des rejets liquides « margines» issue de la production d'huile d'olive », mémoire de Master 2 Université Dr Yahia Fares de Médéa. 2014.

[8]: Sansousy R., « Problèmes généraux de l'utilisation des sous-produits agroindustriels en alimentation animales dans la région méditerranéenne ». 1991.

[9]: http://www.planetoscope.com/fruits-legumes/1354-production-mondiale-d-olives.html

[10]: **Francesco G.L., «** Evaluations économiques sur l'innovation technologique. Les problèmes de l'environnement dans le lecteur oléicole en Italie ». Olivae, 47, 15-20, 1993.

[11]: SIFOUN Naïma, « Traitement des effluents des huileries d'olive par oxydation au H_2O_2 », mémoire de magister, université M'hamed Bouguerra Boumerdes. 2008.

[12]: Omar meliani, « valorisation de sous produits oléicultures », publication Centre National de Technologie de Production plus Propre, 5-6, 2011.

[13]: Amouretti MC, Comet G., 1985. Le livre d'olivier. EDISUD.

[14]: Brousse G, Loussert L. (1978). L'olivier. Moissonneuse la rose, paris.

[15] : Nicholas P. Cheremisinoff, « biotechnology for waste and waste water treatement», NOYES PUBLICATIONS, 61-70, 1996.

[16] : Ajmia Chouchen, « Etude expérimentale et théorique de procédés devalorisation de sous-produits oléicoles par voies thermique et physico-chimique », thèse de doctorat, école nationale d'ingénieure de monastir et de l'université de haute alzase, 2010.

[18]: http://www.pe rtorqueo.com/fr/apprendre/huile-dolive/52-olive-oil-composition.html)

[19]: El hajjouji H., « Evolution des caractéristiques physico-chimiques, spectroscopiques et écotoxicologiques des effluents d'huileries d'olive au cours de traitements biologique et chimique ». Thèse de doctorat. Université de Marrakech, 2007.

[20]: Fiorentino A., Gentili A., Isidori M., Monaco P., Nardelli A., Parrella A., Temussi F., **«** Environmental effects caused by olive mill Waste waters : toxicity comparison of low-molecular-weight phenol Components». Journal of Agricultural and Food Chemistry», 51, 1005–1009, 2003.

[21]: Tsagariki E., Harris N., Lazarides., Konstantinos B., **«**Olive mill waste water treatment». Sprigerlink, 133-157, 2007.

[22]: 1er forum Mediterranean de l'oléiculture, 1111- 4762.

[23] : www.agrivisio.com/n31-france/article-l-huile-d-olive-va-augmenter.html?id=11020)

[24]: Sampaio M.A, «Anaerobic digestion challenge of raw olive mill wastewater», Bioresource Technology, 2011.

[25]: Abdelkadous HOMARI; Abdelmajid ELBOUARDI; Taib AJZOUL ; 2013traitement et valorisation des margine ; thèse de doctorat Laboratoire d'Energétique Equipe de Thermique Energie solaire et Environnement Université Abdelmaleek Essaadi Faculté des Sciences B.P 2121 Tétouan Maroc.

[26]: Seraphim P., Maria G.P., Stylianos F., Michael K., George A., **«** Citric acid production by Yarrowia lipolytica cultivated on olive-mill wastewater-based media». Bioresource Technology, 99, 2419–2428, 2008.

[27]: **Lacomelli A., «** Olive mill waste water & SAP adopted by BACRON contracting parties». Work Shop on Agro- industry development in the coastal areas, with special focus on the olive oil industry. Beirut –Lebanon, 4- 6 December 2000.

[28]: Martilotti F., « Use of olive by-products in animal feeding in Italy». Division de la production et de la santé animale, FAO, Rome, 56-62, 1993.

[29] : Fiestas Ros de Ursinos J.A., « Différentes utilisations des margines ». Actes du Séminaire International sur la valorisation des sous produits de l'olivier. Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture, 93 – 110, 1981.

[30]: Dubois M., Gilles K., Hamilton J., Rebers P., Smith F., « Colorimetric method for determination of sugars and related substances». Anal. Chem., 28, 350-356, 1956.

[31]: Hamdi M., « Nouvelle conception d'un procédé de dépollution biologique des margines, effluents liquides de l'extraction de l'huile d'olive », Thèse de l'université de Provence. Marseille, France. 1991.

[32]: Niaounakis M, Halvadakis, « The effect of olive-mill technology ». In G. Dardanos (Ed.). Olive-mill waste management, 57–71, 2004.

[33]: Garcia Garcia P.R., Jiménez Peña J.L., Bonilla Venceslada A., Martin Martin M.A., Martin Santos E., Ramos Gomez, « Removal of phenol compounds from olive mill wastewater using Phanerochaete chrysosporium, Aspergillus niger, Aspergillus terreus and Geotrichum candidum», Proc. Biochem, 35, 751-758, 2000.

[34]: Jaouani A., Tabka MG., Penninckx MJ., « Lignin modifying enzymes of Coriolopsis polyzona and their role in olive oil mill wastewaters decolourisation», Chemosphere, 62, 1421-1430, 2006.

[35]: Adhoum Nafaà, Monser Lotfi, « Decolourization and removal of phenolic compounds from olive mill wastewater by electrocoagulation», Chemical Engineering and Processing: process intensification, 43, 1281-1287, 2004.

[36]: Panizza M, Cerisola G., « Olive mill wastewater treatment by anodic oxidation with parallel plate electrodes», Water research, 40, 1179 – 1184, 2006.

[37] : Aissam, Halah, « Etude de la biodégradation des effluents des huileries (margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannase », thèse de doctorat, Faculté des sciences, Dhar El Mehraz ,Fes, 2003.

[38]: Khoufi Sonia, Aloui Fathi, Sayadi Sami, « Treatment of olive oil mill wastewater by combined process electro-Fenton reaction and anaerobic digestion», Water Research, 40, 2007– 2016, 2006.

[39]: Esra S. Aktas, Sedat Imre and Lale Ersoy, «Characterization and lime treatment of olive mill wastewater», Water Research, 35, 2336-2340, 2001.

[40]: Sampaio M.A, Gonçalves M.R., Marques I.P., «Anaerobic digestion challenge of raw olive mill wastewater», Bioresource Technology, 102, 10810–10818, 2011.

[41]: Agostina Chiavola, Geneve Farabegoli, Federica Antonetti. «Biological treatment of olive mill wastewater in a sequencing batch reactor». Biochemical Engineering Journal, 85, 71–78, 2014.

Les méthodes d'analyse

Paramètre	La méthode d'analyse
L'acidité (pH)	NFT 90-008
MES ($g.l^{-1}$)	NFT 90-105-2
MMS ($g.l^{-1}$)	NFT 90-105-2
MS ($g.l^{-1}$)	NFT 90-105-2
MVS ($g.l^{-1}$)	NFT 90-105-2
DCO ($g.l^{-1}$)	ISO 6060
DBO_5 ($g.l^{-1}$)	ISO 6060
Sucre totaux ($g.l^{-1}$)	DUBOI 1956
Matière grasse %	EXTRACTION CHLOROFORME / METANOLE
Turbidité (NTU)	RODIER 1996
Ion ammonium ($g.l^{-1}$)	ISO 7150/1
Humidité %	NFT 90-105-2
Streptocoque fécaux à 37°C ($UFC.L^{-1}$)	NA-765/1996
Coliforme fécaux à 44°C ($UFC.L^{-1}$)	ISO-4837

VALEURS LIMITES DES PARAMETRES DE REJETS D'EFFLUENTS LIQUIDES INDUSTRIELS

Décret exécutif n° 06-141 du 20 Rabie El Aouel 1427correspondant au 19 avril 2006 définissant les valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels.

N°	paramètre	unité	Valeurs limite	tolérance aux valeurs limites ancienne installation
01	Température	°C	30	30
02	PH	-	6,5 - 8,5	6,5 - 8,5
03	MES	mg/l	35	40
04	Azote Kjeldahl	"	30	40
05	Phosphore total	"	10	15
06	DCO	"	120	130
07	DBO5	"	35	40
08	Aluminium	"	3	5
09	Substances toxiques bioaccumulables	"	0,005	0,01
10	Cyanures	"	0,1	0,15
11	Fluor et composés	"	15	20
12	Indice de phénols	"	0,3	0,5
13	Hydrocarbures totaux	"	10	15
14	Huiles et graisses	"	20	30
15	Cadmium	"	0,2	0,25
16	Cuivre total	"	0,5	1
17	Mercure total	"	0,01	0,05
18	Plomb total	"	0,5	0,75
19	Chrome Total	"	0,5	0,75
20	Etain total	"	2	2,5
21	Manganèse	"	1	1,5
22	Nickel total	"	0,5	0,75
23	Zinc total	"	3	5
24	Fer	"	3	5
25	Composés organiques chlorés	"	5	7

PH : Potentiel d'hydrogène.
DBO5 : Demande biologique en oxygène pour une période de cinq (5) jours.
DCO : Demande chimique en oxygène.
MES : Matière en suspension.