

N° d'ordre: ...

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE MOULOU D MAMMERRI DE TIZI-OUZOU  
FACULTÉ DES SCIENCES  
DÉPARTEMENT DE CHIMIE



*Domaine:* Science de la matière  
*Filière:* Chimie  
*Spécialité:* Chimie de l'environnement

## Mémoire de Master

### Thème

# Traitement de la margine d'olives par des procédés physico-chimiques

Presenté par: **Brahimi Souad**

**Lekam Naima**

Soutenu publiquement, le 27/06/2024 devant le jury composé de:

Nom et Prénom	Grade	Affiliation	Qualité
Mme Bozetine Hakima	MCA	UMMTO	Présidente
M. Lateb yacine	MAA	UMMTO	Encadrant
Mme Yahiaoui Nouara	MCB	UMMTO	Examinatrice
Mme Hatem Rokia	MAA	UMMTO	Examinatrice

Session 2023-2024

## Remerciements

Nous tenons à exprimer nos remerciements et louanges au bon DIEU qui nous a donné la force, la volonté et le courage pour surmonter tous les obstacles afin de réaliser ce modeste travail.

Nous voudrions dans un premier temps remercier **M. LATEB Yacine**, notre respectueux encadrant pour sa patience, disponibilité et surtout ses judicieux conseils en dirigeant notre travail.

Nous tenons aussi à adresser nos remerciements les plus sincères à **Mme Bozetine Hakima MCA, Mme Yahiaoui Nouara MCB et Mme Hatem Rokia MAA**, enseignantes à l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou qui nous ont fait l'honneur de juger ce travail.

Nous remercions nos familles respectives pour leur soutien constant et leurs encouragements.

Nous remercions également l'ensemble du personnel pédagogique de laboratoire du département de chimie.

Enfin, à toutes les personnes qui ont contribué au succès de notre stage et qui nous ont aidées lors de la rédaction de ce mémoire.

## **Dédicace**

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à ceux qui, quel que soit leur contributions termes embrassés, je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour sincère.

A l'homme, ma précieuse offre du Dieu, à qui je dois ma vie, ma réussite et tout mon respect : mon cher papa Abd elkader

A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse : ma chère maman Safia.

A ma chère sœur jumelle Tita et mon petit frère Mohamed qui n'ont pas cessé de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études.

A mes grands frères et sœurs Rachid, Samira, Houria, Moukhtar, Yacine et Ghani

Sans oublier mon binôme Naima pour sa compréhension tout au long de ce projet.

**Souad**

## **Dédicace**

Ce mémoire est dédié avec amour et reconnaissance :

À la mémoire de mon père, dont la présence demeure à jamais vivante dans mon cœur. Puisse ton souvenir me guider et m'inspirer toujours.

À ma mère, que Dieu accueille dans son paradis. Ton amour maternel restera à jamais gravé en moi.

À mes frères (Lyes, Toufik et Redouane) et sœurs (Fatiha, Nacera, Samia, Farida et Hakima) et leurs enfants (Mohamed, Abderaouf, Walid, Riad, Malek, Rayan, Ines, Said, Adam, Mehdi et Aya dieux les protège Inchallah), qui ont été ma force et m'ont apporté du réconfort tout au long de ce parcours. Que notre lien fraternel continue de nous unir.

À mes belles-sœurs (Hayet, Karima et Sarah), pour votre affection et vos encouragements. Que notre famille prospère dans la joie et l'harmonie.

À mon binôme Souad, qui a été une compagne de route inestimable dans la réalisation de ce projet. Que notre amitié perdure au-delà de ces études.

Et à tous mes amis et collègues, qui ont su m'épauler et m'inspirer durant ces années. Que nos chemins continuent de se croiser et de s'enrichir mutuellement.

Votre présence et votre soutien ont été essentiels pour mener à bien ce mémoire. Je vous en suis profondément reconnaissante.

**Lekam Naima**

---

## Résumé

L'objectif de cette étude est le traitement de la margine d'olives, qui constitue un problème environnemental majeur, par des procédés physico-chimiques qui sont la décantation, la coagulation-floculation et l'adsorption. Deux matériaux naturels ont été choisis : le Moringa Oleifera (MO) comme agent coagulant et la pouzzolane comme adsorbant.

Les traitements successifs de la margine d'olive par coagulation-floculation et adsorption a permis de réduire considérablement sa teneur en composés phénoliques. La séparation de la margine traitée (surnageant) et de la boue par centrifugation (3000 rpm- 20 min) en utilisant 6 g/L de MO a permis d'obtention d'un volume de margine traitée de 81,8% et de réduire les teneurs en CP, MS et MES respectivement de 57,3% ; 37,3% et 95,4%. Le traitement du surnageant par le procédé d'adsorption améliore le taux de réduction des CP de près de 5%.

**Mots clés :** margines d'olives, Moringa –Oleifera, pouzzolane, coagulation-floculation, adsorption, composés phénoliques.

## Abstract

The aim of this study is the treatment of olive mill wastewater (OMW), which constitutes a major environmental problem, by physical-chemical processes such us decantation, coagulation-floculation and adsorption. Two natural materials were chosen: Moringa Oleifera (MO) as coagulant and pozzolan as adsorbent.

The successive treatments of OMW by coagulation-floculation and adsorption have considerably reduced its phenolic compounds content. The separation of the treated OMW (supernatant) and the sludge by centrifugation (3000 rpm- 20 min) using 6 g/L of M.O resulted a treated OMW volume of 81,8% and reduction of phenolic compound, dry matter and suspended matter content of 57,3%, 37,27% and 95,4% respectively. The treatment of the supernatant by the adsorption process enhance the reduction of phenolic compounds content by 5%.

**Key words:** olive mill wastewater, Moringa-Oleifera, pouzzolane, coagulation-floculation, adsorption, phenolic compound

## Agzul

Iswi n unadi agi d adawi n umureğ n uzemmur i yellan daybel amuqran yef twennaț... atg.

.....

**Awalen igejdanen:** Amureğ nuzemmur, Moringa Oleifera, pouzzolane, Tikelt / askali, ilisen Azizqar, Composés phénoliques.

Remerciement.....	i
Dédicaces .....	ii
Résumé .....	iii
Liste des figures .....	iv
Listes des tableaux .....	v
Liste des abréviations .....	vi
Introduction générale.....	p.1

### **Chapitre I : Généralités sur la margine d'olive**

1. Margine .....	p.3
2. Caractéristiques physico-chimiques .....	p.4
3. Caractéristiques microbiologiques .....	p.5
4. Impact de la margine sur l'environnement.....	p.5
5. Traitement de la margine.....	p.6
5.1. Traitements physiques .....	p.6
5.1.1. Traitement thermique .....	p.6
5.1.2. Techniques membranaires.....	p.7
5.2. Traitements chimiques .....	p.8
5.3. Traitements biologiques .....	p.9

### **Chapitre II : Généralités sur la Pouzzolane et Moringa-Oleifera**

1. Pouzzolane .....	p.10
1.1. Présentation de la Pouzzolane .....	p.10
1.2. Utilisation de la Pouzzolane .....	p.11
2. Moringa-Oleifera.....	p.11
2.1. Présentation de Moringa-Oleifera .....	p.11
2.2. Composition chimique de Moringa-Oleifera .....	p.11
2.3. Utilisation de Moringa-Oleifera .....	p.11

### **Chapitre III : Matériels et méthodes**

1. Matériaux .....	p.13
1.1. Margine .....	p.13
1.2. Pouzzolane .....	p.13
1.3. Moringa-Oleifera.....	p.14
1.4. Autres matériaux .....	p.14
2. Caractérisation des matériaux .....	p.14
2.1. Margine .....	p.16
2.2. Pouzzolane .....	p.16
2.3. Moringa-Oleifera.....	p.16
3. Méthodes de traitements .....	p.17
3.1. Traitement de la margine brute par décantation seule .....	p.17
3.2. Traitement de la margine brute par coagulation-floculation.....	p.17

---

3.2.1. Confirmation du choix de coagulant .....	p.17
3.2.2. Choix de la dose .....	p.17
3.3. Traitement de la margine par infiltration-percolation .....	p.17
3.4. Traitement de la margine par adsorption .....	p.18
<b>Chapitre IV : Résultats et discussion</b>	
1. Caractérisation des matériaux .....	p.19
1.1. Margine .....	p.19
1.1.1. Caractéristiques physico-chimiques .....	p.19
1.1.2. Analyse par spectroscopie UV-Visible .....	p.20
1.2. Moringa-Oleifera .....	p.21
1.2.1. Caractérisation physico-chimique.....	p.21
1.2.2. Analyse par spectroscopie infrarouge .....	p.21
1.3. Pouzzolane .....	p.22
1.3.1. Caractérisation physico-chimique.....	p.22
1.3.2. Analyse par spectroscopie infrarouge .....	p.22
1.3.3. Analyse de surface .....	p.22
2. Traitement de la margine .....	p.24
2.1. Décantation de la margine brute .....	p.24
2.2. Traitement de la margine par coagulation-floculation.....	p.25
2.2.1. Choix du coagulant .....	p.25
2.2.2. Choix de la dose.....	p.27
2.2.3. Effet de la centrifugation .....	p.29
2.3. Traitement de la margine par infiltration et percolation .....	p.33
2.4. Traitement de la margine par adsorption .....	p.33
Conclusion générale.....	p.36
Références bibliographiques	
Annexe	

## Listes des figures

---

Figure I.1. Système discontinu d'extraction d'huile d'olive .....	P.3
Figure I.2. Système continu d'extraction d'huile d'olive .....	P.4
Figure III.1. Pouzzolane utilisée .....	P.13
Figure III.2. Moringa-Oleifera avant et après traitement .....	P.14
Figure IV.1. Spectre UV-Visible de la margine étudié .....	P.20
Figure IV.2. Spectre infrarouge du Moringa-Oleifera .....	P.21
Figure IV.3. Spectre infrarouge de pouzzolane .....	P.22
Figure IV.4. Isotherme d'adsorption-désorption du N <sub>2</sub> , a 77 K sur la pouzzolane .....	P.23
Figure IV.5. Cinétique de décantation de la margine brute .....	P.24
Figure IV.6. pH et conductivité électrique de la margine décantée seule et en présence des coagulants testés .....	P.26
Figure IV.7. Le rapport volumique de margine décantée : seule et en présence des coagulants testés.....	P.26
Figure IV.8. Taux de réduction de MS, MV, CP ET MES de la margine décantée : seule et en présence des coagulant s testés .....	P.27
Figure IV.9. Effet de la dose de M.O sur le rapport $v_s / v_m$ .....	P.28
Figure IV.10. Effet de la dose de M.O sur la réduction de la matière sèche et volatile	P.28
Figure IV.11. Effet de la dose de M.O sur le taux de réduction de la MES et CP.....	P.29
Figure IV.12. Effet de la dose de M.O et du temps de centrifugation sur le rapport volumique $v_s / v_m$ .....	P.30
Figure IV.13. Effet de dose de M.O et du temps de centrifugation sur le taux de réduction de la teneur en matière sèche .....	P.31
Figure IV.14. Effet de dose de M.O et du temps de centrifugation sur le taux de réduction de la teneur en matière volatile .....	P.31
Figure IV.15. Effet de dose de M.O et du temps de centrifugation sur le taux de réduction de la teneur en composés phénoliques .....	P.32
Figure IV.16. Effet de dose de M.O et du temps de centrifugation dur le taux de réduction de la teneur en matière en suspension .....	P.33
Figure IV.17. Effet de la dose de pouzzolane sur la réduction de la teneur en MES, MV et CP de la margine traitée par adsorption ([MO]=4 g/L) .....	P.35

## Liste des tableaux

---

Tableau I.1. Caractéristiques physico-chimiques de la margine .....	P.5
Tableau II.1. Composition chimique de la pouzzolane .....	P.10
Tableau IV.1. Caractéristiques physico-chimiques de la margine étudié .....	P.20
Tableau IV.2. Surface et porosité de la pouzzolane .....	P.23
Tableau IV.3. Teneur en CP, MES, MS, MM et MV de la margine décantée .....	P.24
Tableau IV.4. Résultats de l'analyse du filtrat.....	P.33
Tableau IV.35. Résultats de l'analyse de la phase inférieure (boue)de la margine après décantation .....	P.34

**pH** : Potentiel d'hydrogène

**C.E.** : Conductivité électrique

**MES** : Matière en suspension

**MM** : Matière minérale

**MV** : Matière volatile

**MS** : Matière sèche

**TC** : Teneur en cendre

**CP** : Composés phénoliques

**R** : Rendement (%)

**T** : Température ( $^{\circ}\text{C}$ )

**t** : temps (min)

**m** : masse (g)

**M.O** : Moringa-Oleifera

**POZ** : Pouzzolane

**rpm** : rotation par minute

**T** : Transmittance (%)

**$\sigma$**  : nombre d'ondes ( $\text{cm}^{-1}$ )

**UV-Vis** : Rayonnement ultra-violet et visible

**$V_s/V_m$**  : le volume de surnageant rapporter par le volume de la margine

**TC** : la teneur en cendres

**TMV** : la teneur en matière volatile

**TMS** : la teneur en matière sèche

**TCP** : la teneur en composés phénoliques

# **Introduction**

## **Générale**

L'oléiculture est principalement concentrée dans les pays méditerranéens : Espagne, Italie, Grèce, Turquie, Syrie, Tunisie, Maroc et Algérie. Selon le conseil oléicole international, il existe environ 12000 huileries dans le monde, dont plus de 80 % fonctionnent au moyen de systèmes à centrifugation (COI, 2022). La production méditerranéenne d'huile d'olive représente 94% de la production mondiale (COI,2023). L'oléiculture est la première richesse arboricole de l'Algérie ; elle constitue une source de subsistance pour la population locale.

La Kabylie possède un climat méditerranéen propice à la culture de l'olivier. L'oléiculture et la production de l'huile d'olive sont des activités économiques importantes pour la région de Kabylie contribuant à l'emploi local et l'économie régional. En sa qualité de vecteur de développement et de valorisation des zones rurales, la filière oléicole en Algérie peut jouer un rôle déterminant dans la diversification de l'économie nationale via des exportations hors hydrocarbures (Zaidi et al., 2021).

La production de l'huile d'olive génère cependant des déchets : l'un est solide (le grignon) et l'autre liquide (la margine). Les pays producteurs de l'huile d'olive sont confrontés à la problématique de l'élimination de ces rejets liquides. Ces eaux de végétation sont très polluantes notamment à cause de leur forte charge organique. L'effet nocif de la margine est du en grande partie à sa teneur en composés phénoliques, difficilement biodégradables. En Algérie, l'absence de techniques de traitement adaptées fait que les oléificateurs rejettent ces margines dans la nature sans aucun traitement préalable. Il en résulte un impact négatif sur l'environnement, engendrant le colmatage des sols et le dégagement de mauvaises odeurs réduisant ainsi la qualité des sols et induisant une forte consommation d'oxygène dans les cours d'eau (Mebirouk, 2002 ; Benyahia et Zein, 2003).

Pour réduire leurs effets nocifs, différents procédés de traitement ont été proposés. Ces procédés peuvent être répartis en plusieurs méthodes qui peuvent être utilisées séparément ou combinées (les procédés biologiques, les procédés physico-chimiques, les procédés thermiques et l'oxydation avancée). Toutes ces méthodes présentent des limites techniques et financières qui rendent leurs mises en œuvre dans les conditions favorables difficiles (Bouraoui.,2021).

Parmi tous les procédés testés pour la valorisation et le traitement de la margine, le traitement par coagulation-floculation est le procédé le plus adapté. Ce procédé permet d'éliminer les matières en suspension et/ou colloïdes en les rassemblant sous forme de floccs dont la séparation s'effectue par décantation, flottation et/ou filtration.

Le procédé de coagulation-floculation utilisé dans le cadre de cette étude est combiné avec l'adsorption et la filtration. A cette effet, le matériau utilisé est la pouzzolane qui est une roche d'origine volcanique très disponible à moindre coût. Le choix de coagulant s'est porté sur un bio-coagulant qui est la poudre des graines de Moringa-Oleifera.

Le présent manuscrit est agencé en deux parties. La première partie, consacrée à l'étude bibliographique sur le sujet, est structurée en deux chapitres. Le premier chapitre porte sur quelques données sur la margine d'olives. Le deuxième chapitre présente des généralités sur la pouzzolane et le Moringa-Oleifera.

La deuxième partie, étude expérimental, est également subdivisée en deux chapitres. Le premier décrit les méthodes expérimentales mises en œuvre pour la réalisation des expériences de décantation, coagulation-floculation, adsorption et filtration ainsi que les techniques d'analyse utilisées. Le deuxième chapitre résume l'essentiel des résultats expérimentaux obtenus et leur discussion. Enfin une conclusion générale résume les principaux résultats de l'étude.

**Etude**  
**Bibliographique**

# **Chapitre I**

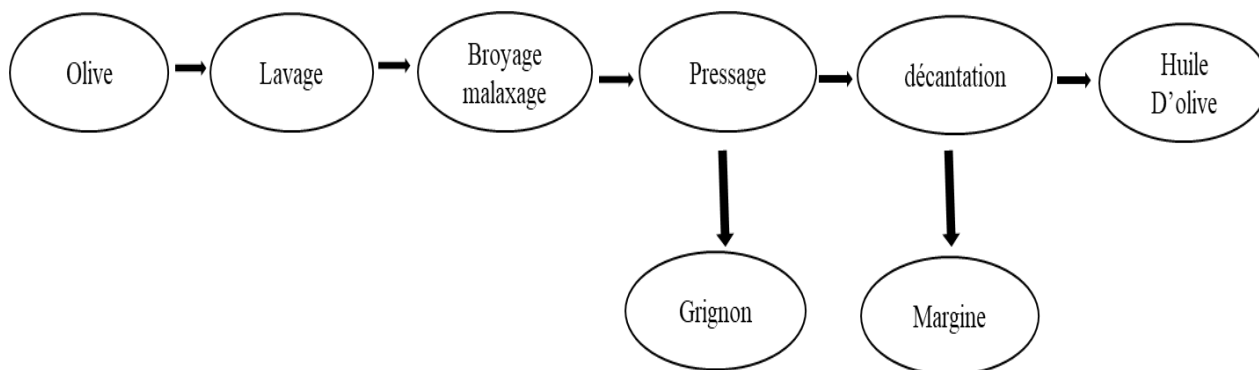
## **Généralités sur la margine d'olive**

Avec le développement du secteur oléicole, les systèmes d'extractions de l'huile d'olives traditionnels sont remplacés par des équipements modernes. Cette amélioration permet l'extraction de l'huile d'olives par centrifugation et séparation de l'huile des sous-produits générés. En plus de sa production principale qui est l'huile d'olive, l'industrie oléicole génère deux résidus, l'un liquide (la margine) et l'autre solide (le grignon). Selon le conseil oléicole internationale, les plus gros producteurs d'huile d'olive au monde par ordre d'importance sont l'Espagne, l'Italie, la Tunisie, la Turquie, le Portugal, l'Argentine, et la Grèce (COI, 2023).

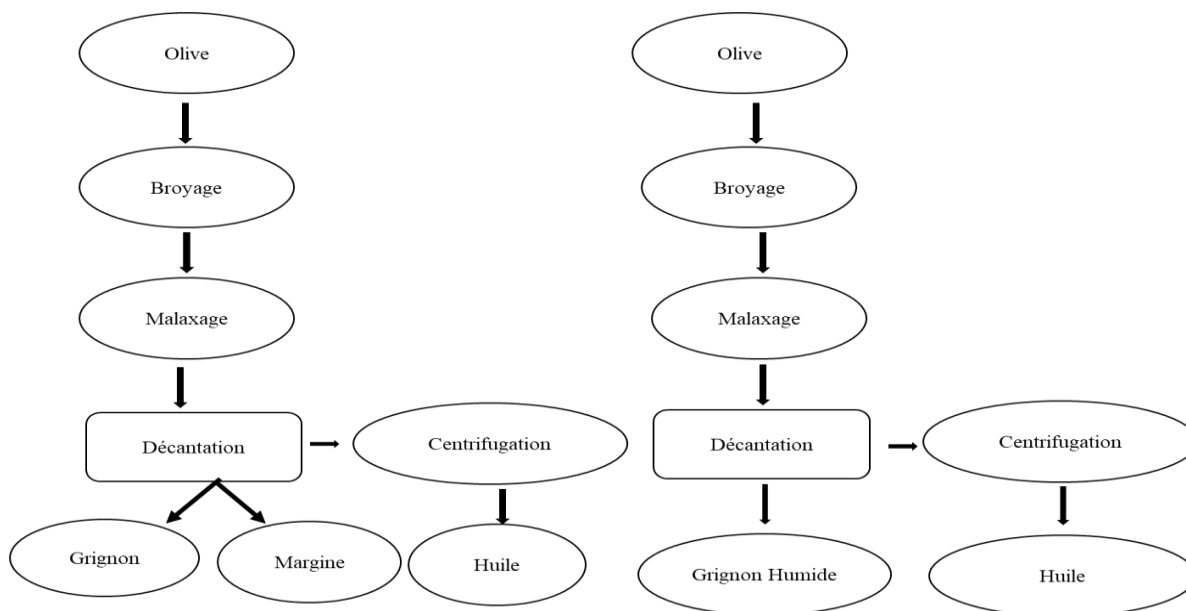
### 1. Margine

La margine est l'effluent issu de l'extraction de l'huile d'olive en quantités variables, allant de 400 à 500 L/tonne d'olives pour les unités traditionnelles (Achak, M. 2009).

C'est un liquide d'aspect trouble et de coloration brune-rougeâtre à noire (Ranalli A., 1991). Sa couleur noire est due à la présence des composés phénoliques (Khoufi S., 2007). Son odeur, à l'état frais, rappelle celle de l'huile d'olive (Iboukhoulef H., 2014) et son goût est amer. Sa composition chimique varie en fonction du stade de maturation et de la variété des olives, du processus d'extraction et des conditions pédoclimatiques.



**Figure1.** Système discontinu d'extraction d'huile d'olive.



**Figure 2.** Système continu d'extraction d'huile d'olive.

## 2. Caractéristiques physico-chimiques

La margine contient une variété de composés organiques et minéraux, de nature et de concentration très variables. Le tableau 1 présente les principales caractéristiques physico-chimiques de la margine. Le terme composé phénolique désigne selon l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC) une substance qui possède au moins un groupement hydroxyle (OH) substitué sur un cycle aromatique. Les composés phénoliques naturels peuvent donc être des molécules simples comme les acides phénoliques, mais aussi des composés hautement polymérisés comme les tanins. Près de 8000 composés phénoliques ont été caractérisés jusqu'à ce jour (Hannebelle et al., 2004). Les composés phénoliques de la margine sont très divers et leur structure très variable. Pendant le processus d'extraction de l'huile d'olive, les composés phénoliques sont transférés de la pâte d'olive au cours de broyage/malaxage à l'huile et aux différents sous-produits, particulièrement la margine. Les olives contiennent environ 20 % d'huile, 30 % de grignons et 50 % d'eau de végétation (Halal A., 2003). Différents monomères aromatiques ont été identifiés dans la margine tels que les acides phénoliques et les alcools phénoliques. Pour les acides phénoliques, on retrouve l'acide caféique, l'acide ferrulique et vallinique. Concernant les alcools phénoliques, il ya le tyrosol et l'hydroxytyrosol. Les composés phénoliques identifiés dans la margine sont

essentiellement les anthocyanes (Tanchev S., 1980), les tanins classés par convention en tanins hydrolysable et tanins condensés (Monties B., 1980).

**Tableau 1.** Caractéristiques physico-chimiques de la margine (Ben Rouina et al., 2014)

Paramètres	valeurs
PH	4 ,17 – 5 ,56
CE (mS/cm)	12 ,38 – 18 ,61
Teneur en eau (%)	87,9-95,4
Matière sèche (g/L)	44 ,6 – 121
Matière grasse (g/L)	3 ,18 – 4 ,5
Matière organique (g/L)	32 ,55 – 107
composés phénoliques (g/L)	0 ,99 – 5 ,8
Azote total (g/L)	0 ,44 – 1 ,4
Carbone (g/L)	1 ,27 – 3 ,74
Matière minérales (g/L)	12 ,05 – 23 ,7
Phosphore (g/L)	0 ,08 – 0 ,32
Potassium (g/L)	4 ,37 – 7 ,5
Calcium (g/L)	1 ,15 – 1 ,31
Magnésium (g/L)	0 ,71 – 2 ,3
Chlorures (g/L)	0 ,56 – 1 ,25

### 3. Caractéristiques microbiologiques

Les études microbiologiques effectuées sur plusieurs échantillons de margine ont confirmé l'absence totale de micro-organismes pathogènes. Les levures et les champignons sont capables de se développer plus que les bactéries dans la margine. Ils semblent être les mieux adaptés à l'acidité et à la salinité élevée de la margine et résistent à la toxicité des substances phénoliques (Zaier et al., 2017).

### 4. Impact de la margine d'olives sur l'environnement

Le rejet de la margine non traitée et extrêmement chargé en matières organiques pose un problème écologique majeur pour les pays producteurs de l'huile d'olive (Dermeche et al.,

2013). A cause de l'acidité et la forte demande chimique et biologique en oxygène, la margine présente une activité polluante très élevée (Yay et al., 2012).

## 5. Traitement de la margine

Pour le traitement de la margine, certains procédés semblent plus efficaces que d'autres. Le traitement de la margine constitue un problème complexe vu la qualité et la quantité des substances chimiques qu'elle contient (Achak et al., 2009). Selon le mode d'action, trois procédés sont appliqués : procédés physiques, chimiques et biologiques.

### 5.1. Traitement physique

Les traitements physiques pendant lesquels les margines ne sont pas transformées, sont essentiellement des opérations de séparation des matières organiques et minérale solubles et insolubles de leurs phase aqueuse (Renzo et Amirente., 1988). Parmi les traitements physiques, on distingue les traitements thermiques et traitements membranaires.

#### 5.1.1. Traitements thermiques

Les différents traitements thermiques utilisés sont l'évaporation naturelle, l'évaporation forcée et l'incinération.

##### ✓ *Evaporation naturelle*

Ce procédé consiste à laisser décanter la margine dans des bassins. Elle est ensuite séchée pendant plusieurs semaines voire plusieurs mois selon les conditions climatiques. Cette méthode simple permet d'éviter le rejet de la margine dans les égouts et les rivières.

##### ✓ *Evaporation forcée*

Le principe de ce procédé est identique à celui de l'évaporation naturelle, la différence que ce procédé consiste à introduire des systèmes d'évaporation dans les bassins de stockage de la margine. Cette installation permet de faciliter l'évaporation de la phase aqueuse de la margine. Cette méthode a l'avantage d'utiliser une superficie réduite des bassins d'évaporation pour assurer une évaporation totale (Khaldi, O.,2020).

## ✓ Incinération

C'est une technique complexe et coûteuse. Elle permet d'évaporer d'abord la phase aqueuse de la margine et de brûler ensuite les matières organiques pour les transformer en cendres.

## 5.1.2. Techniques membranaires

La filtration sur membrane est une technique de séparation qui fait intervenir une membrane semi-perméable et sélective sous l'effet d'une force motrice. Cette force peut être un gradient de pression comme dans le cas de l'osmose inverse (OI), de la nano filtration(NF), de l'ultrafiltration(UF) et de la microfiltration(MF).

✓ *Ultrafiltration*

Ce procédé repose sur la filtration à travers une membrane permettant la rétention de macromolécules de masse moléculaire supérieure à 500 g/mol. C'est une technique qui est appliquée à l'échelle industrielle pour le traitement de la margine. Les tests d'ultrafiltration ont donné un liquide limpide (Renzo et Amirante, 1988).

✓ *Osmose inverse*

L'osmose inverse permet de séparer une solution en deux phases : l'une concentrée et l'autre diluée sous une pression allant jusqu'à 80 bar. Des essais de traitement de la margine ont été réalisés par cette technique (Renzo, C. 1988). La margine traitée était limpide (Ranalli, A. 1991).

## ✓ Nanofiltration

La nanofiltration est communément considérée comme un procédé de filtration membranaire intermédiaire entre l'ultrafiltration et l'osmose inverse. Les membranes nanofiltration ont une capacité de rétention plus élevée pour les matières organiques et les colorants synthétiques (Al-Rawajfeh et al., 2012).

## ✓ Infiltration-percolation

L'infiltration-percolation est une technique de traitement des eaux qui consiste à faire passer l'effluent à traiter à travers un milieu perméable. Achak et al., (2009) ont traité la margine d'olives par infiltration en utilisant un filtre à sable.

## 5.2. Traitement chimique

Le traitement chimique de la margine est basé généralement sur les phénomènes d'oxydation avancée, de coagulation-floculation ou d'adsorption.

### ✓ *Coagulation-floculation*

C'est l'une des méthodes les plus efficaces pour éliminer les matières en suspension. Elle consiste à traiter la margine par des produits tensioactifs ou certains coagulants tels que  $Al^{3+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , etc. (Sbai et al., 2015). Achak et al., (2008) ont traité la margine par coagulation-floculation. D'après ces auteurs, le traitement a montré que l'application de sulfate d'aluminium a une dose de 1,5 g/L permet d'éliminer 27 % des MES et 41 % des composés phénoliques, tandis que l'application de la chaux a une dose de 20 g/L permet d'éliminer les composés phénoliques et les MES respectivement de 75 % et 50 %.

### ✓ *Adsorption*

L'adsorption est un phénomène de surface dans lequel les molécules d'adsorbats se fixent sur des adsorbants. C'est l'une des meilleurs techniques utilisés dans le traitement des rejets industriels. Elle se fait sur différents matériaux en l'occurrence des argiles et du charbon actif.

Rabia et al., (2021) ont traité la margine par adsorption sur du phosphate naturel. Ce traitement a permis de réduire l'indice de phénol de 23%. Galiatsatou et al (2002), ont traité la margine par adsorption sur charbon actif. Le taux d'élimination des composés phénoliques obtenu a été de 73 % après 8h de traitement. AL-Malah et al., (2000), ont montré que le processus d'adsorption peut se faire sur des argiles activées (bentonite jordanienne). Les pourcentages d'élimination des composés phénoliques et de la DCO sont respectivement de l'ordre de 81 % et 71 % après 4h de traitement.

### ✓ *Oxydation avancée*

Les procédés d'oxydation avancée sont adaptés au traitement des eaux usées contenant des concentrations significatives des micropolluants organiques (Glaze et al., 1987). Ces méthodes efficaces pour atteindre un haut degré d'oxydation faisant appel à des intermédiaires radicalaires, particulièrement les radicaux hydroxyles  $OH\cdot$  (Benatti et al., 2006).

Les procédés d'oxydation avancée les plus utilisés dans le traitement de la margine sont l'ozonation, le procédé électrochimique et le procédé fenton.

De Heredia et al (2001), ont utilisé ce procédé pour le traitement de la margine, ils ont montré qu'à une température égale à 30°C et un pH de 13,6 et une pression de 5 KPa pour O<sub>3</sub>, l'abattement de la DCO, des composés phénoliques et de la coloration de la margine est de 55 %, 84 % et 71 % respectivement après 3 heures de réaction.

Benitez et al., 2001, ont utilisé de la margine trois fois diluées, la dégradation des composés phénoliques était totale tandis que l'abattement de la DCO était de 22 % en 8 heures de réaction à 20°C et a pression de 1,73 KPa pour l'ozone.

### 5.3. Traitement biologique

C'est un procédé de dépollution qui permet la réduction de la toxicité des éléments polluants engendrés par l'activité naturelle ou humaine par des micro-organismes comme agent biologique. Il existe deux types de traitement biologique traitement aérobie et traitement anaérobie.

#### ✓ *Traitement aérobie de la margine*

C'est un traitement biologique par des boues activées basés sur l'activité de dégradation microbienne qui transforme la matière organique décomposable en élément minéraux non polluants (Aouadi,2021).

Mantzavinos et al (2005), ont étudié l'effet du prétraitement aérobie utilisant différentes cultures avant la digestion anaérobie. Ce prétraitement aérobie a permis de réduire la concentration des composés phénoliques de 65 à 95 % pour les différentes cultures utilisées.

#### ✓ *Traitement anaérobie de la margine*

Le traitement anaérobie peut être aussi utilisé pour le traitement de la margine. Le procédé consomme peu d'énergie et produit peu de rejets comparativement au traitement biologique aérobie (Makhlouf et al., 2015). Gharsallah et al., (1999), ont montré que l'utilisation de *Chrysosporium Phanerochaete* pour la décoloration de la margine par le traitement anaérobie diminue le taux de DCO de 05 à 85 g/L. Sayadi et al., (2000), ont montré que *P. Chrysosporium* est un meilleur dégradeur de la margine.

**Chapitre II**  
**Généralités sur la**  
**Pouzzolane et le Moringa-**  
**Oleifera**

Dans le présent travail, deux matériaux naturels ont été utilisés pour traiter la margine d'olives. Ces matériaux sont la pouzzolane et la graine de Moringa Oleifera. Le présent chapitre est consacré à une présentation des matériaux choisis.

## 1. Pouzzolane

### 1.1. Présentation de la pouzzolane

La pouzzolane est une roche d'origine volcanique, friable et moins dense que l'eau. Le terme pouzzolane provient de Pouzzoles, une ville italienne de la région de Naples où ce matériau a été utilisé comme ciment naturel de l'Antiquité. Les matériaux pouzzolaniques sont classés en deux grandes catégories : naturel et artificiel.

✓ La pouzzolane naturelle est d'origine volcanique. Elle est composée essentiellement de silice, d'alumine et d'oxyde de fer. Elle est formée d'une phase mal cristallisée, amorphe et de grande surface spécifique, qui réagit rapidement avec la chaux libérée pendant l'hydratation du ciment pour former de nouveaux cristaux de silices et d'aluminate de calcium hydraté qui participent au développement des résistances mécaniques et chimiques (Gardner.E.M.,1991)

✓ La pouzzolane artificielle est toute matière essentiellement composée de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant subi un traitement thermique pour lui assurer des propriétés pouzzolaniques. Elle est issue de différentes industries, soit à cause des résidus de fabrication industrielle (cendre de bois ou d'houille), schiste cuite ou bien les déchets de l'industrie à base de méta kaolinite (Mebrouki.,2003). Les compositions de la pouzzolane naturelle varient selon le gisement considéré. Le tableau 1 montre les proportions des différents oxydes constituant la pouzzolane.

**Tableau 1.** Composition chimique de la pouzzolane (Alsac., 1963).

Phase	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -FeO
Teneurs massique (%)	40 – 42	15 – 30	10 - 15

La pouzzolane est généralement de couleur noir ou rouge selon le degré d'oxydation du fer (Hamel et al., 2022). Elle est déterminée à partir du rapport des pourcentages pondéraux des oxydes ferreux et ferriques ( $f = \text{FeO} / \text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

- Si  $f < 0,02$  ; la coloration est uniformément rouge pour les matériaux réduits à l'état de fines,
- Si  $f$  est proche de 0,10, la coloration vire au brun.
- Si  $f$  atteint ou dépasse 0,27 ; les produits sont de couleur noire.

## 1.2. Utilisations de la pouzzolane

Les pouzzolanes ont plusieurs domaines d'utilisations, notamment dans :

- ✓ Le sablage des routes verglacées,
- ✓ Les travaux publics où elle est utilisée comme matériaux de remblais légers pour la réalisation des terrains de sport et piste d'athlétisme,
- ✓ L'industrie, additionnée au ciment elle permet la confection de béton léger pour la construction des bâtiments,
- ✓ En agriculture, la pouzzolane est utilisée pour l'amendement de certains sols, aussi elle est utilisée en jardinerie,
- ✓ Le traitement des rejets liquides : des essais à l'échelle de laboratoire ont été menés pour l'élaboration du support membranaires pour le traitement des effluents liquides (Kofa et al., 2015).

## 2. Moringa-Oleifera

### 2.1. Présentation du Moringa Oleifera

Moringa Oleifera originaire du nord de l'Inde, au sud de la chaîne de montagne de l'Himalaya réparties dans les régions tropicales et subtropicales. Est une plante à fleurs appartenant à la famille monogénérique des arbustes et des arbres des Moringaceae.

C'est un arbre à croissance rapide et résistant à la sécheresse grâce à ces racines tubéreuses lui permettant d'accumuler de l'eau (Amjad et al., 2015).

### 2.2. Composition chimique de Moringa-Oleifera

Le Moringa Oleifera est riche en éléments nutritifs (vitamines, minéraux et protéines). Il a un potentiel énorme comme complément alimentaire et aussi comme un purificateur d'eau usée (Fahey G.W., 2005 ; Kuku-Shittu et al., 2016). Cette plante contient divers composés antioxydants tels que l'acide ascorbique, les composés phénoliques et les caroténoïdes (Vongsak et al., 2014). De plus, il contient de l'huile essentielle qui a des activités anti-microbiennes (Marrufo et al., 2013).

### 2.3. Utilisations du Moringa Oleifera

Le Moringa-Oleifera est utilisé dans l'alimentation pour relever le déficit alimentaire des enfants mal nourris, dans la médecine traditionnelle pour le traitement du paludisme (22,9 %), du mal des yeux (16,39 %), du mal des dents (9,8 %), des maux de ventre (8,1 %) ...etc. (Amjad et al., 2015).

Le Moringa-Oleifera est utilisé dans le traitement des eaux en tant que coagulant naturel. Les eaux traitées sont aussi bien les eaux de végétations, les eaux usées, les eaux de surface,

les eaux souterraines ...etc. Bashir et al., (2019) ont traité les eaux usées municipales par coagulation-floculation en utilisant la poudre de Moringa-Oleifera déshuilée (50-200 mg/L). Les conditions opératoires employées sont un pH compris entre 5 et 7, une agitation rapide (2 min - 100 rpm) puis lente (20 min - 40 rpm). Les résultats obtenus montrent l'efficacité du Moringa-Oleifera à éliminer la turbidité, la DBO et la DCO respectivement de 98,20 %, 92,96 % et 78,82 %.

Adeniran et al., (2017) ont traité les eaux usées domestiques par coagulation-floculation en utilisant la poudre des graines de Moringa-Oleifera. Les doses utilisées sont de 2 à 6 g/L. Les résultats obtenus montrent une réduction de la dureté de l'eau de 64,2 à 36 mg/L, de la teneur en MES de 384 à 306 mg/L, de l'alcalinité de 148 à 114 mg/L et une diminution de la DCO de 81,6 à 72 mg/L.

Hendrawati et al., (2016) ont utilisé les graines de M.O (100 mg/L) pour traiter les eaux usées d'une industrie textile par coagulation-floculation. D'après ces auteurs, le traitement a permis de réduire la turbidité, la conductivité et la DBO de cet effluent respectivement de 98,6 %, 10,8 % et 11,7 %.

Nhut et al., (2020) ont utilisé la poudre de graines de Moringa-Oleifera pour traiter les eaux de surfaces par coagulation-floculation. La poudre de M.O a été dissoute dans l'eau distillée (50 g/L) pour obtenir le coagulant de base. Les doses utilisées sont de 0,05-0,3 ml/L, une agitation rapide (2 min -120 rpm), puis agitation lente pendant (30 min - 50 rpm), pH  $\approx$ 6,4. Les résultats obtenus montrent que l'utilisation d'une de 0,15 mL/L diminue la turbidité de l'eau de l'ordre de 90%.

# **Etude Expérimentale**

# **Chapitre III**

## **Matériels et Méthodes**

L'étude expérimentale a été réalisée au laboratoire pédagogique de chimie physique du département de chimie de la faculté des sciences de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Cette partie sera consacrée à la présentation des matériaux utilisés, leurs caractéristiques physico-chimiques ainsi que les méthodes employées dans le traitement de la margine.

## 1. Matériaux

Les matériaux utilisés sont la margine, la pouzzolane, la poudre de Moringa-Oleifera.

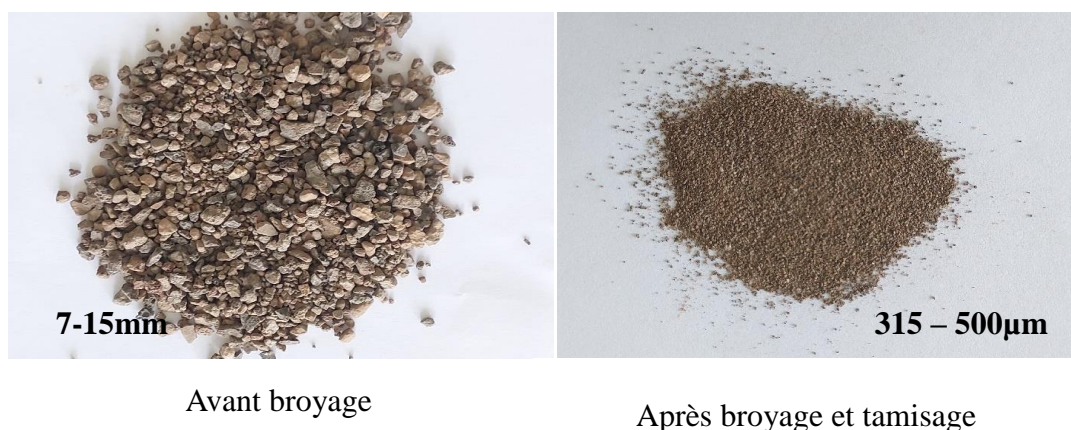
### 1.1. Margine

La margine utilisée est issue d'une huilerie moderne à trois phases située à Ouadhias –Tizi Ouzou. La margine a subi un prétraitement qui a consisté à la débarrasser des particules grossières à l'aide d'un tamis dont l'ouverture de maille est 0,7 mm. La margine prétraitée a été homogénéisée et gardée au frais dans des bouteilles en plastique jusqu'à utilisation.

### 1.2. Pouzzolane

La pouzzolane utilisée provient de site de Beni –Saf (Nord-Ouest Algérie). Elle est commercialisée sous forme de Caillaux dont la taille est comprise entre 7 et 15 mm. Cette dimension n'étant pas adaptée à des essais de filtration ou d'adsorption, la pouzzolane a subi un prétraitement qui a consisté en un lavage, séchage et broyage à l'aide d'un broyeur de marque FRITSCH Pulverisette afin d'obtenir des grains de plus petite taille. Le broyat obtenu a été tamisé à l'aide d'une tamiseuse de marque Retsch ANALYSENSI. La pouzzolane utilisée est représentée dans la figure 1. A l'issue du tamisage plusieurs fractions de pouzzolane ont été récupérées. Les fractions retenues dans cette étude sont :

$315\mu\text{m} < D < 500\mu\text{m}$ ,  $160\mu\text{m} < D < 315\mu\text{m}$  et  $D < 125\mu\text{m}$



**Figure 1.** Pouzzolane utilisée

### 1.3. Moringa-Oleifera

Le Moringa-Oleifera utilisé pour traiter la margine est commercialisée en graines. Les graines ont été décortiquées, séchées et broyées à l'aide d'un moulin électrique. La figure 2 représente le Moringa-Oleifera avant et après prétraitement.



**Figure 2.** Moringa-Oleifera avant et après prétraitement

### 1.4. Autres matériaux

Les autres matériaux utilisés au cours de cette étude sont le plâtre ou sulfate de calcium hemihydraté ( $\text{CaSO}_4, \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ ), commercialisé par Knauf-Plâtre Algérie sous la marque « Fleurus », le carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) et le chlorure de sodium ( $\text{NaCl}$ ).

## 2. Caractérisation des matériaux

Les matériaux utilisés ont été caractérisés.

### 2.1. Margine

#### ✓ *pH et conductivité électrique*

Le potentiel d'hydrogène (pH) et la conductivité électrique (CE) de la margine ont été mesurés à l'aide d'un multi-Parameter du marque ANALYTICAL INSTRUMENTS PH-2603

#### ✓ *La teneur en matières en suspension*

La teneur en MES de la margine a été déterminée par la méthode de centrifugation conformément à la norme NF 190-105-2 (1997).

#### ✓ *La teneur en matière sèche, en cendre et matière volatile*

Un volume de 10 ml de margine, bien homogénéisée, est versé dans un creuset préalablement lavé et séché. Le creuset contenant la margine est porté à  $105 \pm 2$  °C durant 24 h dans une étuve. La teneur en matière sèche TMS (%) est calculée selon la relation (1) :

$$\text{TMS}(\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} * 100 \quad \text{Equation (1)}$$

Tels que  $m_0$ ,  $m_1$  et  $m_2$  sont respectivement, les masses du creuset vide, contenant la margine et contenant la matière sèche.

Afin de déterminer la teneur en cendre et en matière volatile, le creuset contenant la matière sèche est de nouveau porté à 550 °C dans un four durant 2h (Degrémont, 2005). Une fois refroidi, le creuset contenant les cendres est pesé. La teneur en cendres (TC) est calculée par la relation suivante :

$$\text{TC}(\%) = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} * 100 \quad \text{Equation (2)}$$

Tels que  $m_0$ ,  $m_1$  et  $m_3$  sont respectivement les masses du creuset vide, du creuset contenant la margine et du creuset contenant les cendres.

La teneur en matière volatile (TMV) de la margine (assimilée à la matière organique) est déterminée par la relation suivante :

$$\text{TMV} (\%) = \text{TMS} (\%) - \text{TC} (\%) \quad \text{Equation (3)}$$

La matière volatile ne doit pas être confondue avec la matière organique au mené pour deux raisons :

- Une partie des matières minérales et sels peut se décomposer entre 105 °C et 550 °C.
- Une partie des matières organiques peut ne pas être gazéifiée à 550 °C mais plutôt à une température plus élevée.

✓ *Teneur en composés phénoliques*

La teneur en composés phénoliques totaux de la margine a été estimée en utilisant la méthode colorimétrique décrite par MACHEIX et al. (1990). Le principe de la méthode ainsi que la courbe d'étalonnage sont donnés en annexe I.

✓ *Analyse par spectroscopie UV-Visible*

L'analyse UV-visible de la margine étudiée, dans le domaine 190-900 nm, a été effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre de marque SHIMADZU UV-1800.

L'efficacité de traitement a été apprécié en mesurant le taux de réduction de la teneur en MS, MV et CP de la margine brute par la relation suivante :

$$R (\%) = \frac{T_i - T_f}{T_i} * 100 \quad \text{Equation (4)}$$

Tels que R (%) représente le taux de réduction et  $T_i$  et  $T_f$  les teneurs en MS, MV et CP avant et après traitement.

## 2.2. Pouzzolane

### ✓ *Analyse physico-chimique*

Afin de déterminer le caractère acido-basique de la pouzzolane utilisée et sa conductivité électrique, une masse de 0,5g de la fraction  $160\mu\text{m} < D < 315\mu\text{m}$  est introduite dans 50 mL d'eau distillée. Le mélange est agité durant 20 min à l'aide d'un agitateur va et vient du marque Edmund Bühler GmbH D72379 Hechingen. Le pH et CE du surnageant ont été mesurés après décantation de la solution.

### ✓ *Analyse de surface*

L'analyse de la surface spécifique et de la porosité de la pouzzolane a été effectuée à l'aide d'un appareil QuntachromeNovawin version 11.0. L'isotherme d'adsorption-désorption du diazote à 77Ka été étudiée en utilisant une pouzzolane de granulométrie (315-500 $\mu\text{m}$ ).

### ✓ *Spectroscopie infrarouge*

L'analyse infrarouge de la pouzzolane ( $D < 125\mu\text{m}$ ) a été effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre à transformée de Fourier de marque SHIMADZU IRAffinity-1S dont la gamme de nombre d'onde comprise entre 4000 et 500  $\text{cm}^{-1}$ .

## 2.3. Moringa-Oleifera

### ✓ *Analyse physicochimique*

La détermination de la conductivité électrique et du pH de la poudre de Moringa-Oleifera a été menée en suivant le même protocole que pour la Pouzzolane. Ainsi, une masse de 0,2g de M.O est introduite dans 50 mL d'eau distillé. Le mélange est agité durant 20 min. Après décantation, le pH et la CE de surnageant ont été mesurés.

### ✓ *Spectroscopie infrarouge*

L'analyse infrarouge de la poudre de MO a été effectuée en utilisant le même spectrophotomètre (SHIMADZU IRAffinity-1S) dont la gamme de nombre d'onde comprise entre 4000 et 500  $\text{cm}^{-1}$ .

### **3. Méthodes de traitement**

#### **3.1. Traitement de la margine brute par la décantation seule**

Trois volumes de 100 mL de margine brute préalablement homogénéisée sont versés dans trois éprouvettes graduées de 100 mL. La margine est laissée décanter sous l'effet de la pesanteur. Deux phases plus au moins denses sont obtenues. L'évolution de volume de la phase supérieure (surnageant) est suivie au cours du temps. A l'issue de la décantation, le surnageant est analysé pour déterminer, son pH, sa conductivité électrique et sa teneur en MES, MS, MV, et CP.

#### **3.2 Traitement de la margine brute par coagulation-floculation**

##### **3.2.1. Confirmation du choix de coagulant**

Quatre composés (coagulants) ont été testés : le plâtre, le carbonate de calcium, le chlorure de sodium et la poudre de graines de *Moringa-Oleifera*. A chaque fois, une masse de 1g de coagulant est agitée vigoureusement dans 100 mL de margine brute. Le mélange obtenu est versé dans des éprouvettes graduées de 100 mL et laissé décanter. Après 24h, le surnageant a été prélevé pour l'analyser.

La phase inférieure (boue) a été également analysé pour déterminer sa composition minérale et organique en suivant le protocole décrit dans Degremont 2005.

##### **3.2.2. Choix de la dose**

Après analyse des résultats obtenus, le choix de coagulant s'est porté sur le MO. La recherche de la dose de MO optimale a été menée comme suit : différentes masses de poudre de MO ont été utilisées. Les doses correspondantes sont 2, 4, 6, 8 et 10 g/L. La poudre de *Moringa* a été vigoureusement mélangée à la margine (5 min, 250 rpm). Deux procédés de séparation des phases ont été utilisés. Le premier a consisté à laisser le mélange réactionnel décanter sous l'effet de la pesanteur seule durant 24 h ; tandis que lors du deuxième, le mélange a été centrifugé à 3000 rpm. Différents temps de centrifugation ont été testés : 10, 20 et 30 min

#### **3.3. Traitement de la margine par infiltration-percolation**

La margine traitée par infiltration-percolation a préalablement subi une coagulation-floculation. Pour réaliser des essais de filtration, des colonnes en verre de 2,8 cm de diamètre interne et de 19 cm de hauteur ont été utilisées. Ces colonnes sont garnies de grains de

pouzzolane (315-500  $\mu\text{m}$ ). Le volume de margine (surnageant) utilisé est 50 mL. Deux masses de pouzzolane ont été utilisées (10 et 20 g).

#### **3.4. Traitement de la margine par adsorption**

L'étude de l'effet de la dose de la pouzzolane sur la réduction de la teneur de la margine en matière sèche, matière en suspension et composés phénoliques a été effectuée à température ambiante (24°C). La margine traitée par coagulation-floculation a subi une adsorption. Dans des flacons de 100 mL de capacité, des masses  $m$  de poudre de pouzzolane (160-315  $\mu\text{m}$ ) sont agitées à l'aide d'agitateur va et vient avec 50 mL de surnageant durant 60 min à une vitesse de 150 rpm. Les doses de pouzzolane utilisées varient de 5 à 30 g/L. La pouzzolane est séparée de la phase liquide par filtration en utilisant un papier filtre et le filtrat obtenu est analysé.

# **Chapitre IV**

## **Résultats et Discussion**

La margine d'olives a été traitée par différents procédés physico-chimiques : décantation, adsorption, coagulation-floculation et filtration. Ce présent chapitre est consacré aux résultats expérimentaux obtenus.

## 1. Caractérisation des matériaux

Les matériaux utilisés (margine, Moringa-Oleifera, pouzzolane) ont été caractérisés par différentes techniques afin de déterminer leurs compositions et leurs natures.

### 1.1. Margine

#### 1.1.1. Caractéristiques physico-chimiques

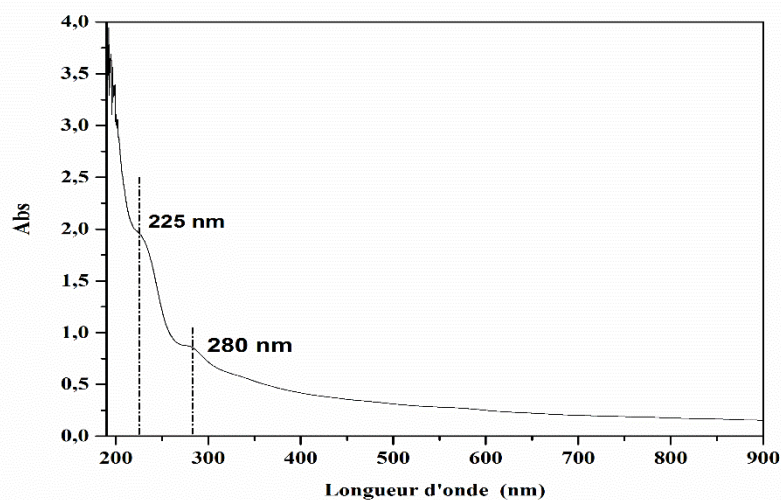
Les caractéristiques de la margine utilisée sont données dans le tableau 1. La margine présente un pH de 4,59. Cette valeur se situe dans le domaine de pH (4,17 - 5,56) des eaux de végétation (Ben Rouina et al., 2014). L'acidité de la margine est probablement due à des réactions d'oxydo-réduction qui transforment les alcools phénoliques primaire en acides phénoliques (Iboukhoulef., 2014). Sa conductivité électrique (5,54 mS/cm) est plus faible aux valeurs rapportée par Ben Rouina et al., 2014 [12,38-18,61]. Ces valeurs élevées sont probablement dues au salage pratiqué pour conserver les olives jusqu'à trituration (Achak et al., 2008). La teneur en eau de la margine étudiée est de 89,84 % m/m. Cette teneur peut être expliquée par le fait que les huileries utilisent beaucoup d'eau en accord avec la densité de la margine (1,03) qui est proche de celle de l'eau. La teneur de cet effluent en matière sèche (10,16 % m/m) est dans l'intervalle (1,4-17 %) que celle rapportée par Kachouri et al., (2000). La teneur en cendre de la margine d'olives (1,26 % m/m) se situe (0,4-2,5 %) selon Abderrabba M., 2007. La margine étudiée est riche en matière en suspension (7,2 % m/m soit 74,2 g/L) cette valeur est similaire à celle rapportée par (Hamdi M et al., 1993). Sa teneur moyenne en matière volatile (8,90 % m/m soit 91,7 g/L) est incluse dans (32,55-107 g/L) (Ben Rouina et al., 2014). La teneur en composés phénoliques de la margine étudiée (8,04 g/L) est plus élevée que celle étudiée (1,33 g/L) par Iboukhoulef et al., (2019).

**Tableau1.** Caractéristiques physico-chimiques de la margine étudiée.

Paramètres	Valeurs
PH	4,59
Densité	1,03
CE (mS/cm)	5,54
TH (% m/m)	89,84
TMS (% m/m)	10,16
TMM (% m/m)	1,26
TMV (% m/m)	8,90
CP (g/L)	8,04
MES (% m/m)	7,2

### 1.1.2. Analyse par spectroscopie UV-Visible

La figure 1 représente le spectre UV-Visible de la margine étudié diluée 500 fois. Ce spectre révèle des bandes qu'apparaissent entre 190 et 225 nm, correspondant probablement aux transitions  $n \rightarrow \sigma^*$  et  $\pi \rightarrow \pi^*$  (isolée) des molécules insaturées et contenant des hétéroatomes (O, N, ...). Une autre bande importante apparaît à 280 nm, relative aux transitions  $n \rightarrow \pi^*$  et  $\pi \rightarrow \pi^*$  (conjuguée). Ces bandes de transition caractérisent les composés constituant la margine, comme les acides et les alcools phénoliques, les acides organiques divers (Iboukhoulef H..2014).

**Figure 1.** Spectre UV-Visible de la margine étudiée

## 1.2. Moringa-Oleifera

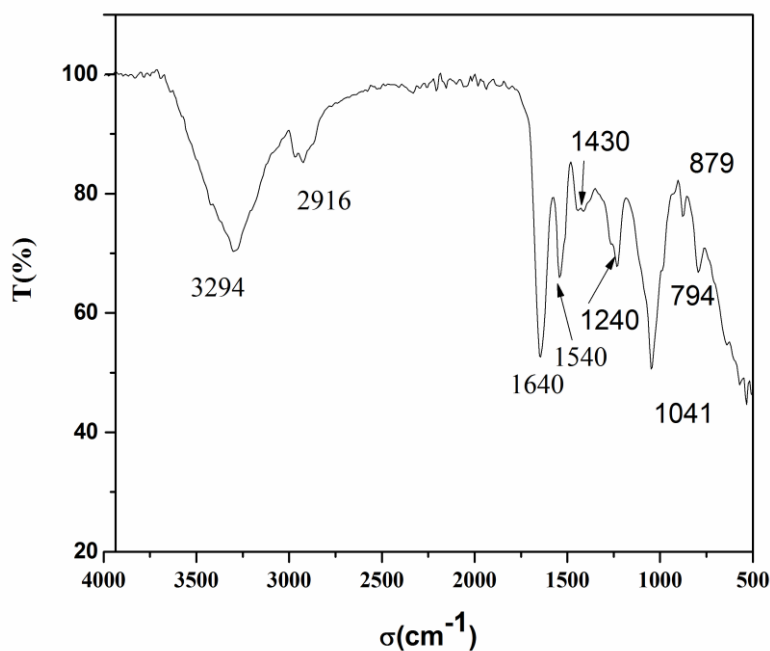
Le Moringa-Oleifera utilisée a été caractérisée par différentes analyses.

### 1.2.1. Caractérisation physico-chimique

La caractérisation de surnageant Moringa- eau distillée a montré son caractère acide (pH = 5,34) et sa faible conductivité (0,26 mS/cm). La conductivité électrique enregistrée est due à la faible solubilité de la poudre de Moringa Oleifera dans l'eau. L'acidité du surnageant provient de la dissolution des acides gras contenu dans la poudre de Moringa.

### 1.2.2. Analyse par spectroscopie infrarouge

L'analyse de la poudre de Moringa-Oleifera par spectroscopie infrarouge est présentée dans la figure 2. Ce spectre montre l'existence de nombreux groupements fonctionnels dans la poudre de M.O, indiquant ainsi la nature complexe de ce matériau. Une bande large intense à  $3294\text{ cm}^{-1}$  attribuée à la présence des liaisons O-H. Ce groupe fonctionnel(OH) apparait dans les structures des protéines, et acides gras présents dans les graines de M.O. Cette figure montre aussi une bande à  $2916\text{ cm}^{-1}$  correspond principalement à la liaison N-H, acides aminés qui sont présentés dans le M.O. un pic très intense  $1640\text{ cm}^{-1}$  pourrait être attribuée à la liaison amine N-H. Un pic intense à  $1041\text{ cm}^{-1}$  qui correspond probablement à un alcool primaire. Les pics à  $879\text{ cm}^{-1}$  et  $794\text{ cm}^{-1}$  caractérisent les cycles aromatiques.



**Figure 2.** Spectre IR du Moringa-Oleifera

### 1.3. Pouzzolane

La pouzzolane utilisée a été caractérisée par différentes techniques

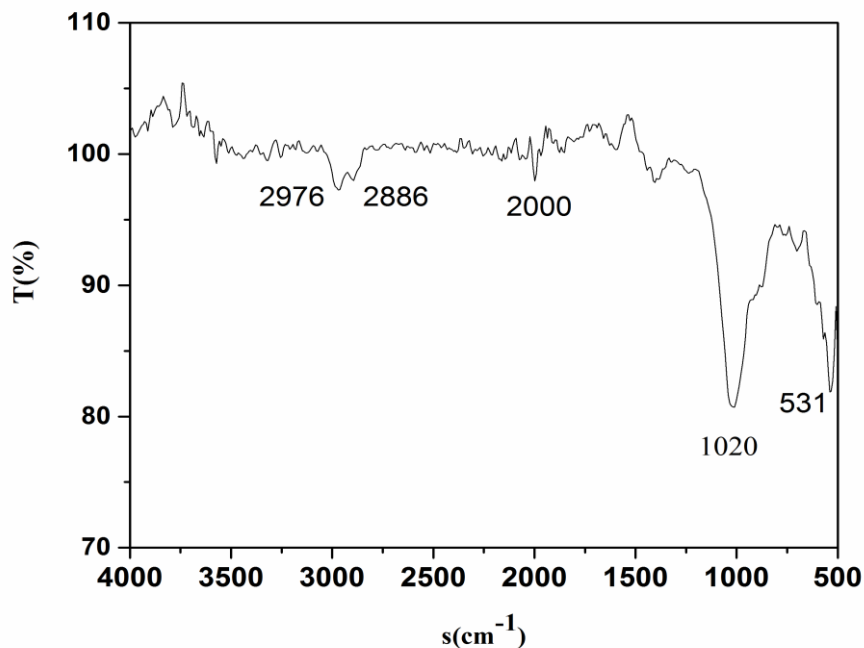
#### 1.3.1. Caractérisation physico-chimique

La caractérisation du surnageant pouzzolane-eau distillée a montré son caractère basique (pH = 8,22) et sa faible conductivité (0,10 mS/cm). La conductivité électrique est due à sa faible dissolution. La basicité du surnageant peut-être due en partie à la libération des ions  $\text{CO}_3^{2-}$  contenus dans la pouzzolane.

#### 1.3.2. Analyse par spectroscopie infrarouge

L'analyse de la pouzzolane par spectroscopie infrarouge (Figure 3)

Le spectre IR de la pouzzolane présente différentes bande d'absorption qui correspondent à des composés existant dans la pouzzolane. Une bande de moyenne intensité située à  $2976 \text{ cm}^{-1}$  qui correspond à un allongement OH, Cette figure présente aussi un pic intense à  $1020 \text{ cm}^{-1}$  correspond à la liaison Si-O constituant le silice ( $\text{SiO}_2$ ). Un pic à  $531 \text{ cm}^{-1}$  correspond à la liaison Al-O.

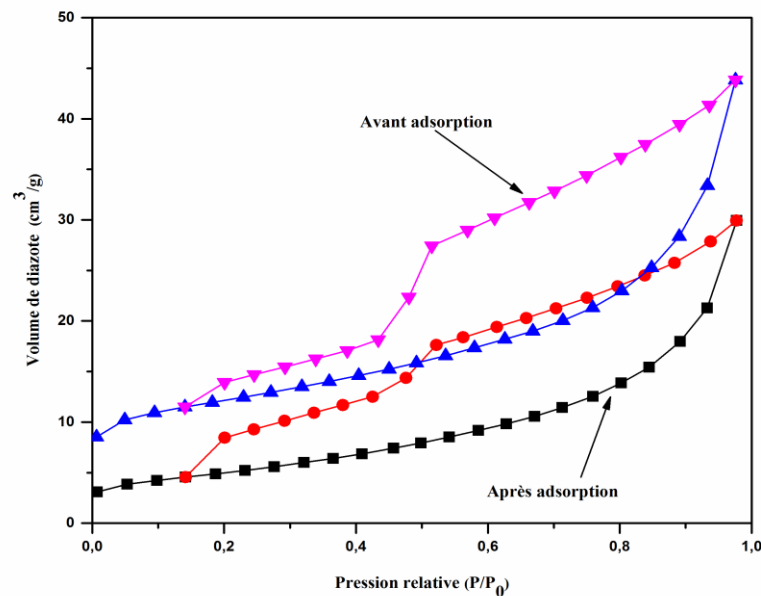


**Figure 3.** Spectroscopie IR de Pouzzolane

#### 1.3.3. Analyse de surface

Les isothermes d'adsorption-désorption du diazote  $\text{N}_2$  à 77 K sur la surface de la pouzzolane utilisée (315-500  $\mu\text{m}$ ) avant et après contact avec la margine sont représentées dans la figure 4. Les deux isothermes présentent des hystérésis ; ceci indique que ce matériau

est méso poreux. Le diamètre moyen des pores et la surface spécifique ont été déterminés par application de la méthode BET (Brunauer, Emmett et Teller, 1938) aux résultats des isothermes (tableau 2). Les valeurs du diamètre moyen des pores et la surface spécifique de la pouzzolane utilisée sont 31,3 nm et 43,29 m<sup>2</sup>/g. Après adsorption, le diamètre moyen des pores a augmenté (51,6 nm) tandis que la surface spécifique a diminué (17,94 m<sup>2</sup>/g). Ces résultats, la diminution de la surface spécifique et l'augmentation du diamètre moyen des pores, pourraient être expliqués par le phénomène d'adsorption qui a conduit à l'obturation des pores de petites tailles qui s'accompagne de la réduction du volume des pores par unité de masse de 6,78 10<sup>-2</sup> cm<sup>3</sup>/g à 4,63 10<sup>-2</sup> cm<sup>3</sup>/g.



**Figure 4.** Isothermes d'adsorption-désorption du N<sub>2</sub>, à 77K, sur la pouzzolane

**Tableau 2.** Surface et porosité de la pouzzolane

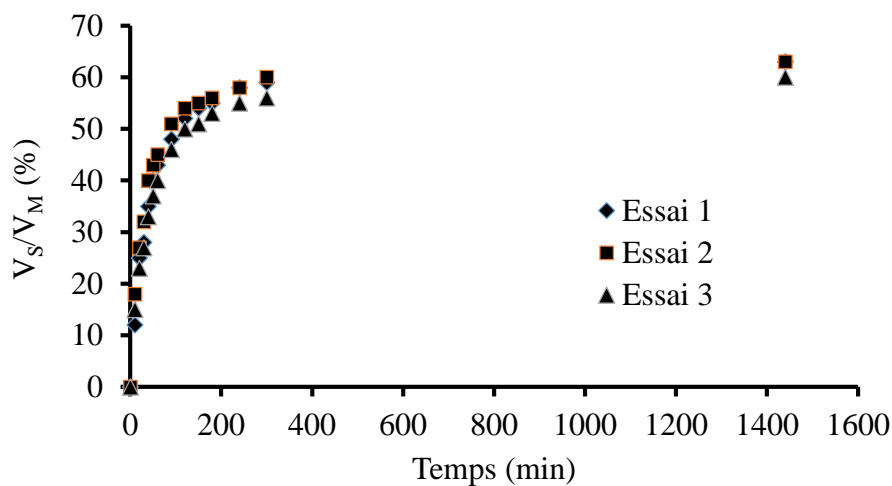
	Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g)	Diamètre moyen des pores (nm)	Volume des pores par unité de masse (cm <sup>3</sup> /g)
Avant sorption	43,29	31,3	6,78 * 10 <sup>-2</sup>
Après sorption	17,94	51,6	4,63 * 10 <sup>-2</sup>

## 2. Traitement de la margine

### 2.1. Décantation de la margine brute

➤ *Suivi du rapport  $\frac{V_{Surnageant}}{V_{Margine}}$*

La figure 5 montre l'évolution du rapport volumique ( $\frac{V_S}{V_M}$ ) au cours du temps. Les résultats obtenus montrent une forte augmentation du rapport ( $\frac{V_S}{V_M}$ ) durant les premières heures. Ensuite un ralentissement est observé pour atteindre 62 % au bout de 24 h. A l'issue de la décantation, une phase danse (boue) représentant 38 % du volume de la margine brute se forme. Celle-ci contient la matière solide présente initialement dans la margine brute.



**Figure 5.** Cinétique de décantation de la margine brute

➤ *Suivi de la teneur en CP, MES, MS, cendres et MV de la margine décantée*

Le tableau 3 représente la teneur de la margine décantée (surnageant) en CP, MES, MS, cendres et MV comparativement à la margine brute. Hormis le taux de matière minérale, les résultats obtenus montrent une baisse des autres paramètres suivis. Ce qui se traduit par des taux de réduction de 24,3% : 65,3%, 18,6% et 23% respectivement pour les teneurs en CP, MES, MS, cendres et MV.

**Tableau 3.** Teneurs en CP, MES, MS, MM et MV de la margine décantée (surnageant)

	CP	MES	MS	MM	MV
Margine brute	8,04( g/L)	7,2( $\% \frac{m}{m}$ )	10,16( $\% \frac{m}{m}$ )	1,26( $\% \frac{m}{m}$ )	8,90( $\% \frac{m}{m}$ )
Surnageant	6,08( g/L)	2,49( $\% \frac{m}{m}$ )	8,27( $\% \frac{m}{m}$ )	1,42 ( $\% \frac{m}{m}$ )	6,85( $\% \frac{m}{m}$ )
Taux d'abattement	+24,3 (%)	+ 65,3 (%)	+ 18,6 (%)	- 12,7 (%)	+ 23 (%)

➤ *Suivi du pH et CE de la margine décantée*

La mesure du pH de la margine décantée (surnageant) a montré qu'il ne varie pas au cours du processus (décantation) ; en effet, le pH de la margine décantée (4,56) est similaire à celui de la margine brute (4,59). En revanche, concernant la conductivité électrique, une légère augmentation a été enregistrée. Cette dernière est passée de 5,54 mS/cm à 6,06 mS/cm ce qui suggère que c'est la fraction organique qui a décanté comparativement à sa fraction minérale. Ce résultat est en accord avec la mesure des autres paramètres MS, MM et MV ou encore le rapport MM/MS qui a enregistré une forte augmentation de 12,4 % à 17,2 %. Concernant les composés phénoliques, la diminution de leur teneur est corrélée avec celle de la matière volatile.

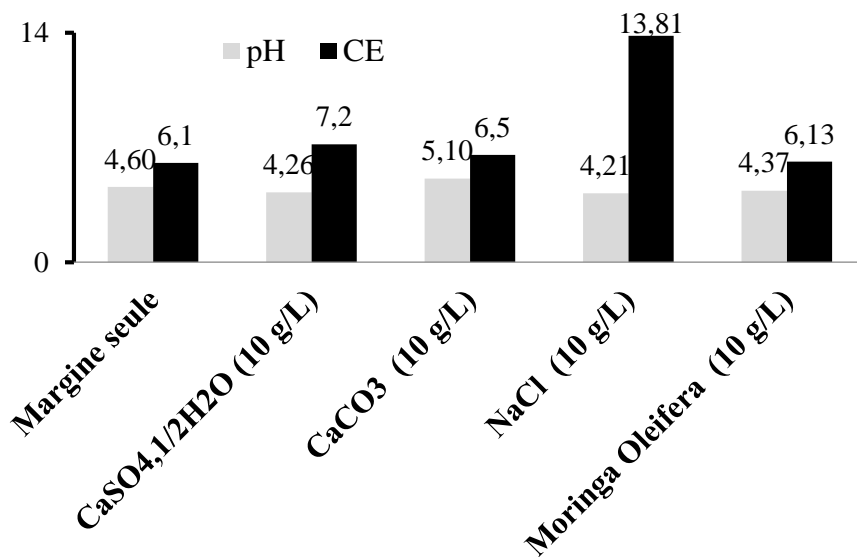
## **2.2. Traitement de la margine par coagulation-floculation.**

### 2.2.1. Choix du coagulant

➤ *pH et Conductivité*

La figure 6 représente les valeurs du pH et conductivité électrique de la margine décantée seule et celles décantées en utilisant des différents matériaux (coagulants). D'après les résultats obtenus, le pH de la margine décantée seule (pH=4,61) est similaire à ceux en présence des autres coagulants testés. La valeur de pH la plus faible (4,21) est enregistrée avec l'ajout de NaCl tandis que la plus élevée (5,10) est celle enregistrée dans le cas de l'utilisation du CaCO<sub>3</sub>.

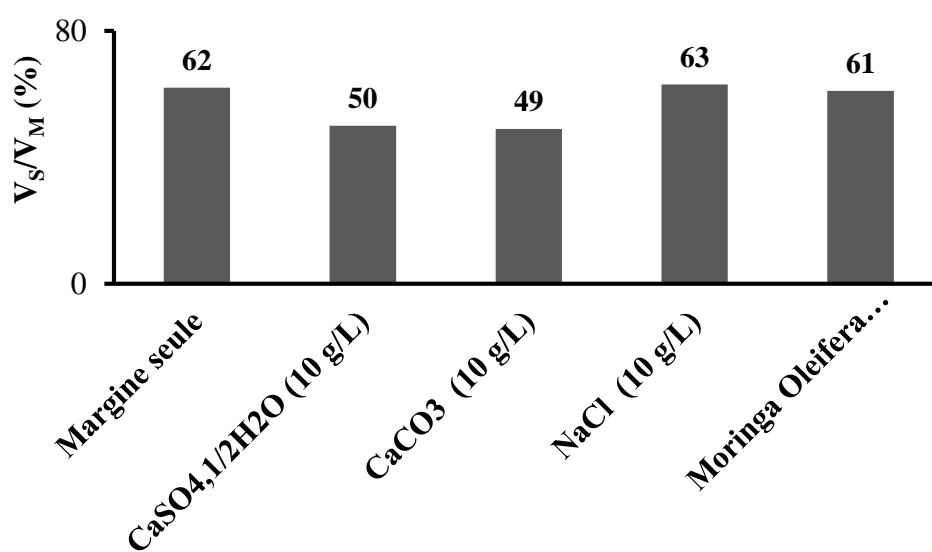
Les valeurs de la conductivité électrique du surnageant sont supérieures à celle de la margine brute (5,54 mS/cm). La plus grande conductivité électrique est obtenue avec l'emploi du chlorure de sodium (13,8 mS/cm) en raison de sa grande solubilité en milieu aqueux. Le *Moringa Oleifera* est le coagulant avec lequel la plus faible conductivité électrique est enregistrée car il est faiblement dissout dans l'eau.



**Figure 6.** pH et conductivité électrique de la margine décantée : seule et en présence des coagulants testés

➤ *Le rapport volumique*

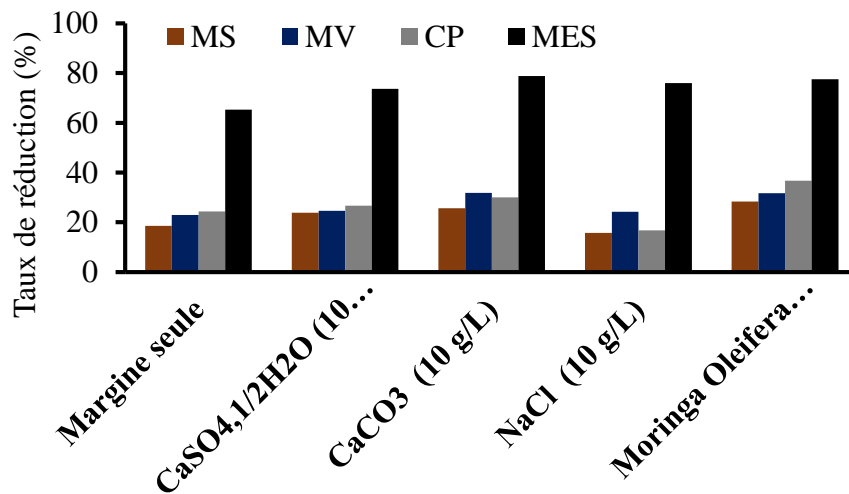
La figure 7 montre le rapport volumique ( $\frac{V_S}{V_M}$ ) de la margine décantée seule et avec d'autres matériaux. D'après les résultats obtenus, le rapport volumique enregistré en utilisant NaCl (63%) et le Moringa Oleifera (62%) est similaire à celui enregistré en l'absence d'agent coagulant (62%). Les plus faibles volumes de margine traitée est obtenu avec l'utilisation de du Carbonate de calcium et du plâtre.



**Figure 7.** Le rapport volumique de margine décantée : seule et en présence des coagulants testés

➤ *La réduction de MS, MV, CP et MES.*

La figure 8 représente le taux de réduction des MS, MV, CP et MES de la margine décantée seule et en présence des coagulants utilisés. Les résultats obtenus montrent que tous les coagulants testés améliorent les taux de réduction des paramètres suivis. Comparativement aux autres composés chimiques testés, le Moringa Oleifera est celui qui a permis le meilleur rendement épuratoire. En effet, les taux de réduction de la MS, MV, CP et MES sont % et respectivement 28,3% ; 31,7% ; 36,7% et 77,5% ; ce qui correspond à des augmentations respectives de 9,7% ; 8,7% ; 12,4 % et 12,2% comparativement à la margine décantée seule.



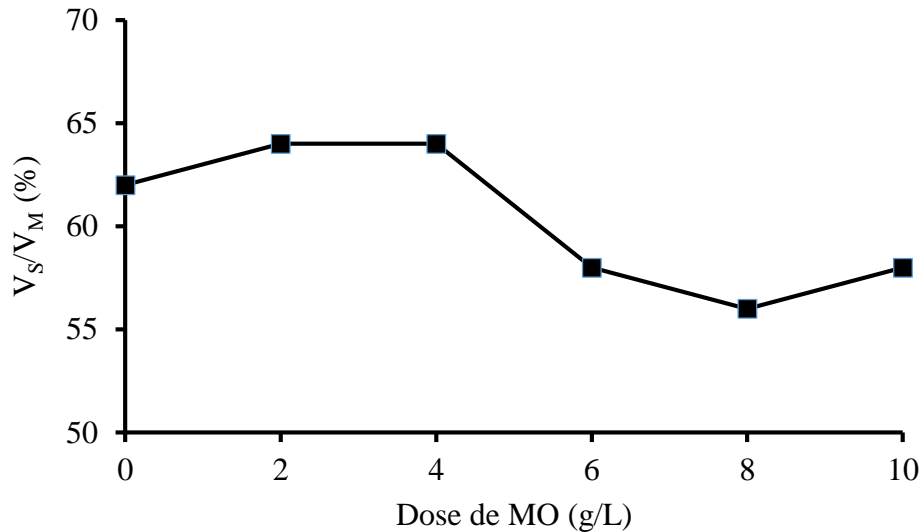
**Figure 8.** Taux de réduction de MS, MV, CP et MES de la margine décantée : seule et en présence des coagulants testés

### 2.2.2 Choix de la dose

Sur les figures 9, 10 et 11, les points d'abscisse 0 représentent les résultats obtenus lors de la décantation gravitaire de la margine seule (sans ajout de coagulant) après 24 h.

✓ *Rapport volumique ( $\frac{V_S}{V_M}$ )*

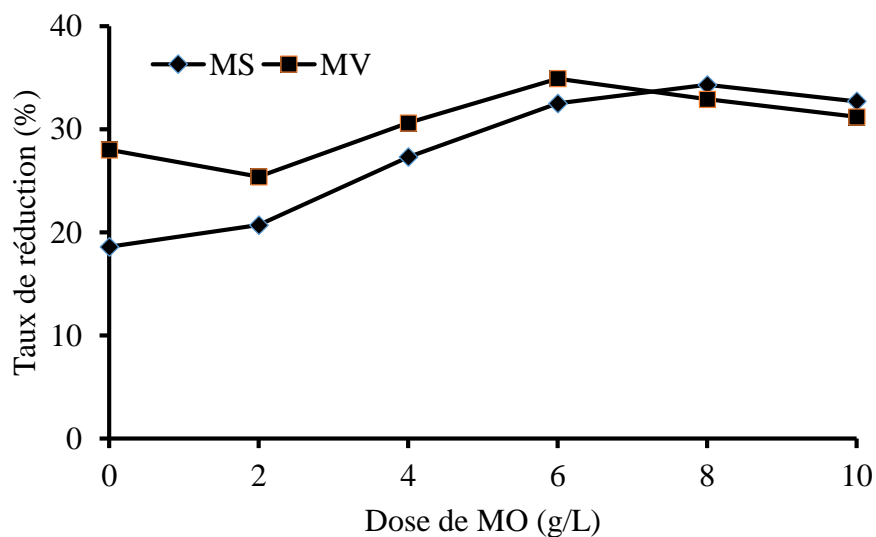
Dans la figure 9 est représenté l'évolution du rapport volumique ( $\frac{V_S}{V_M}$ ) au cours du temps en fonction de la dose de Moringa Oleifera utilisée. Le volume du surnageant a été mesuré après 24 h de décantation gravitaire. D'après les résultats obtenus, une légère amélioration (+2 %) du rapport volumique est constatée pour les faibles doses de Moringa Oleifera (2 et 4 g/L). Au-delà, le volume de margine traitée est inférieure à celui obtenu en l'absence de coagulant. Toutefois, la baisse enregistrée ne dépasse pas 6%.



**Figure 9.** Effet de la dose de M.O sur le rapport  $V_S/V_M$

✓ *Réduction de la MS et MV*

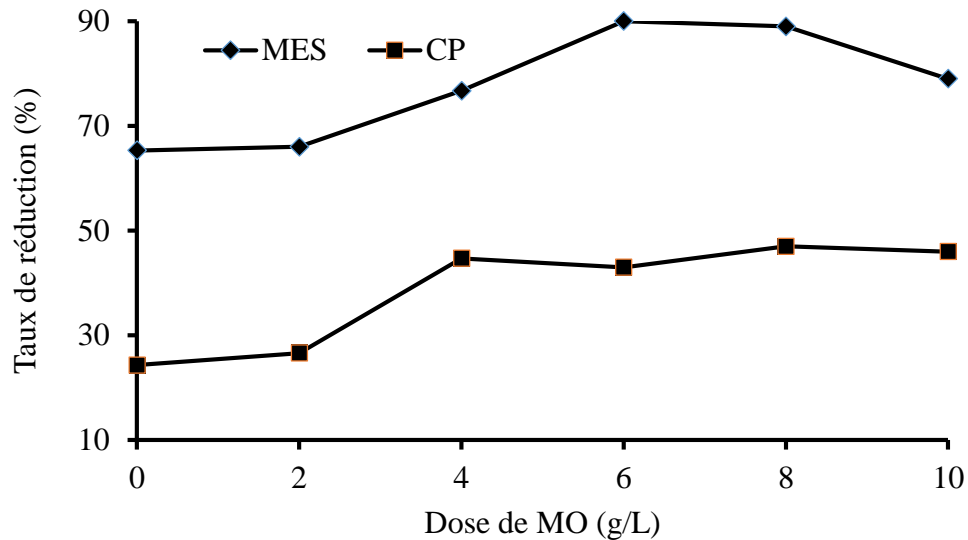
La figure 10 montre la variation du taux de réduction de la MS et MV de la margine brute avec des doses de coagulant. Les résultats obtenus montrent que l'utilisation d'une dose de 2g/L n'a pas d'effet positif sur la réduction de la matière volatile. Les meilleurs taux de réduction de la MS et MV sont enregistrés respectivement avec l'utilisation de 4 et 6 g/L. En tenant compte du cout du traitement, 6g/L peut être considérée comme la dose optimale de MO à utiliser. Ainsi, avec cette dose, les taux d'abattement sont 32,5% et 34,9 % respectivement pour la MS et MV.



**Figure 10.** Effet de la dose de M.O sur la réduction de la matière sèche et volatile.

✓ *Composé phénoliques et MES*

L'effet de la dose de *Moringa Oleifera* sur la réduction de la matière en suspension et des composés phénoliques de la margine brute est représenté dans la figure 11. Les résultats obtenus montrent qu'au-delà d'une dose de 2 g/L de MO, le taux d'élimination de MES est amélioré. Le meilleur taux de réduction de la MES (90 %) est celui obtenu avec une dose de 6 g/L. Concernant les composés phénoliques, la dose de MO semble ne pas avoir le même effet que pour la MES ou un palier semble atteint lorsque la dose varie entre 4 et 10 /L.



**Figure11.** Effet de la dose de M.O sur le taux de réduction de la MES et CP

Après examen des différents résultats obtenus et compte tenu du coût du traitement, 4 g/L de MO semble être la dose optimale à utiliser.

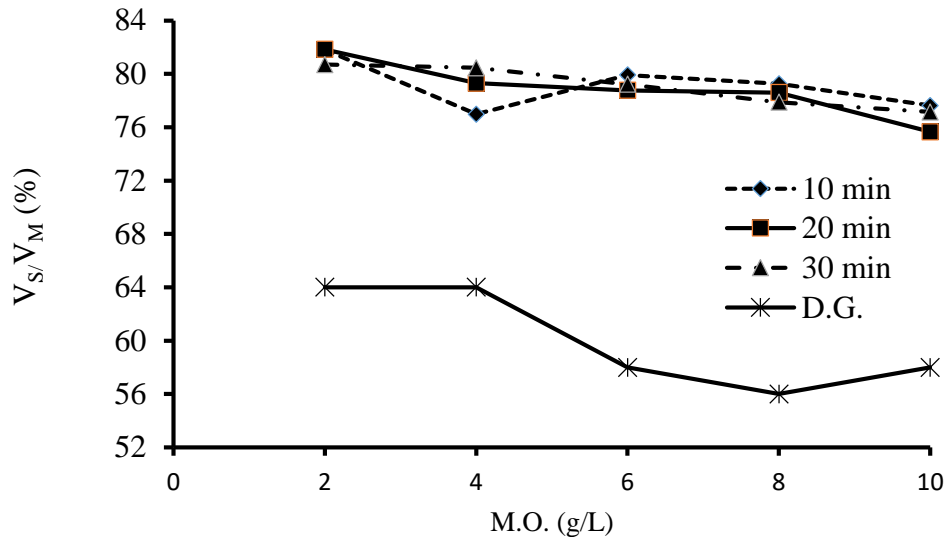
2.2.3. Effet de la centrifugation

Dans cette partie, la margine traitée (surnageant) et la boue générée par le traitement de la margine par coagulation-floculation ont été séparées par centrifugation.

✓ *Le rapport volumique*

La figure 12 représente l'évolution du rapport volumique ( $\frac{V_S}{V_M}$ ) en fonction de la dose de MO et du temps de centrifugation utilisés. Les résultats obtenus montrent que ce rapport diminue avec la dose de *Moringa Oleifera* indépendamment du temps de centrifugation utilisé comparativement à la séparation des phases par décantation gravitaire (D.G.). Le rapport ( $\frac{V_S}{V_M}$ ) obtenu en séparant la margine traitée (surnageant) et la boue par centrifugation est supérieure à celui enregistré dans le cas de la décantation gravitaire ; les écarts enregistrés oscillent entre 17 et 20 %. Lorsque la dose du coagulant passe de 2 à 10g/L, le rapport

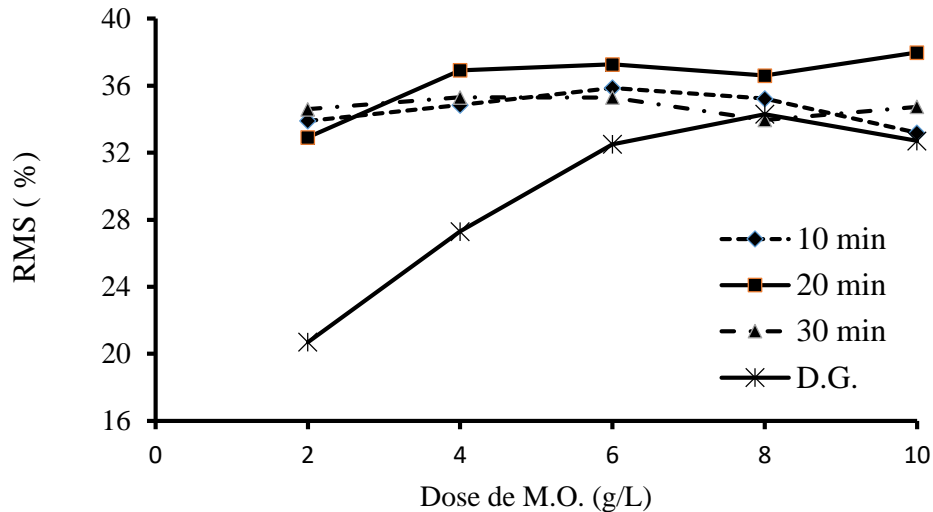
volumique décroît respectivement de 81,8 à 77,1%, 81,8 à 75,7% et de 80,7 à 77,1% pour un temps de centrifugation de 10, 20 et 30 min. D'après les résultats obtenus, 10 min de centrifugation suffisent à séparer efficacement de la margine décantée et la boue générée.



**Figure 12.** Effet de dose de M.O. et du temps de centrifugation sur le rapport volumique ( $\frac{V_S}{V_M}$ )

✓ *Matière sèche*

L'effet du temps de centrifugation et de la dose de *Moringa Oleifera* sur la réduction de la teneur en matière sèche de la margine brute est représenté dans la figure 13. La séparation des phases par centrifugation améliore la réduction de la teneur en matière sèche de la margine brute. Hormis avec une dose de 2g/L de *Moringa Oleifera*, les résultats obtenus montrent qu'un temps de 20 min de centrifugation a permis l'obtention des meilleurs taux de réduction de la matière sèche. D'après les résultats enregistrés, 4g/L de coagulant semble être la dose optimale à utiliser pour traiter la margine brute par coagulation floculation ; ainsi, avec cette dose, la centrifugation améliore le taux de réduction de la matière sèche de près de 10% comparativement à la séparation des phases par décantation gravitaire.

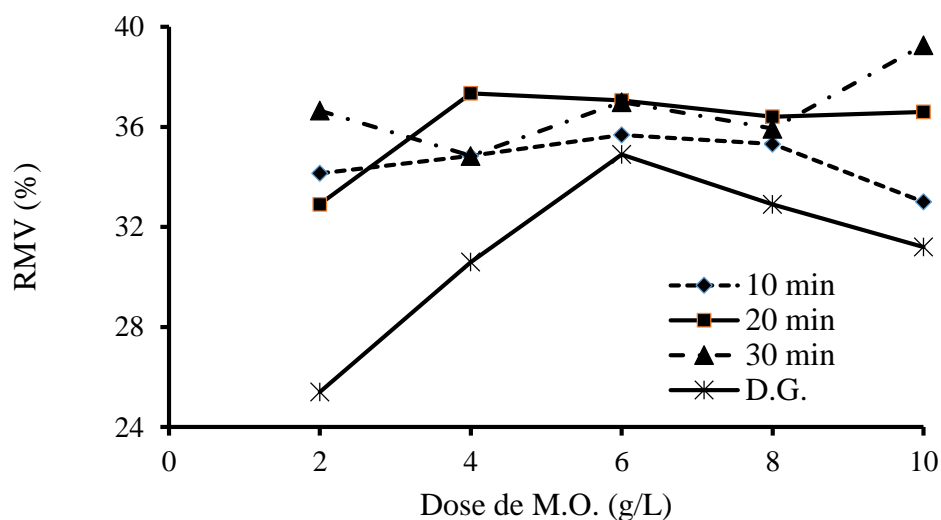


**Figure 13.** Effet de dose de M.O. et du temps de centrifugation sur le taux de réduction de la teneur en matière sèche

#### *Matière volatile*

L'effet du temps de centrifugation et de la dose de *Moringa Oleifera* sur la réduction de la teneur en matière volatile de la margine brute est montré dans la figure 14.

D'après les résultats obtenus, 20 min de centrifugation est la durée optimale à utiliser pour obtenir les meilleurs rendements. Pour une dose de 6g/L de coagulant, le taux de réduction de la matière volatil est de 37%. Ce taux est supérieur à celui obtenu en utilisant la décantation gravitaire (34,9%)..

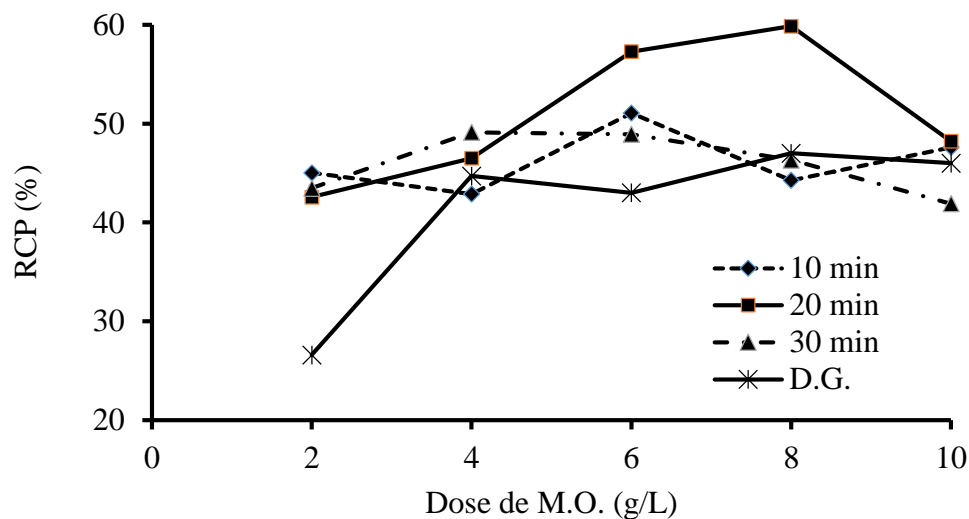


**Figure 14.** Effet de dose de M.O. et du temps de centrifugation sur le taux de réduction de la teneur en matière volatile

✓ *Les composés phénoliques*

L'effet du temps de centrifugation et de la dose de *Moringa Oleifera* sur la réduction de la teneur en composés phénoliques de la margine brute est représenté dans la figure 15.

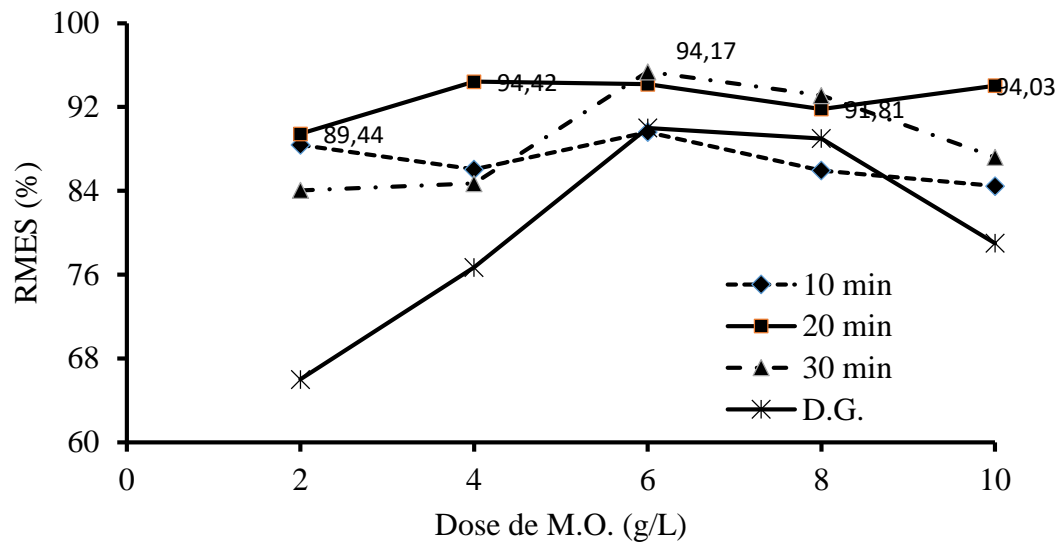
D'après les résultats obtenus la séparation des phases par centrifugation durant 20 min permis l'obtention des meilleurs taux de réduction des composés phénoliques de la margine brute comparativement à la décantation gravitaire. Le taux de réduction optimum (57,3%) des composés phénoliques correspond à une dose de 6g/L. Comparativement à la décantation gravitaire, l'utilisation de cette dose et la séparation des phases par centrifugation a permis d'améliorer la réduction des composés phénoliques de près de 14%.



**Figure15.** Effet de dose de M.O. et du temps de centrifugation sur le taux de réduction de la teneur en composés phénoliques

✓ *Matière en suspension*

L'effet du temps de centrifugation et de la dose de *Moringa Oleifera* sur la réduction de la teneur en matière en suspension de la margine brute est montré dans la figure 16. Comparativement à la décantation gravitaire, la séparation des phases en utilisant la centrifugation (20 et 30 min) améliore le taux de réduction de la teneur en matière en suspension de la margine étudiée. Pour 20 et 30 min de centrifugation la dose optimale est 6g/L. dans ce cas le rendement d'élimination de la MES est 95,4%.



**Figure 16.** Effet de la dose de M.O. et du temps de centrifugation sur le temps de réduction de la teneur en matière en suspension

Comparativement à la décantation gravitaire, la séparation des phases par le procédé de centrifugation améliore le rendement épuratoire et permis un gain de temps considérable (20 min au lieu de 24 h). L'examen des résultats obtenus a montré que 6g/l de coagulant est la dose optimale à utiliser pour traiter la margine brute.

### 2.3. Traitement de la margine par infiltration et percolation

La margine préalablement traitée par coagulation-floculation en utilisant 4 g/l de Moringa Oleifera puis laissée décantée durant 24 heures, a subi un traitement par infiltration-percolation. Le traitement de la margine décantée par infiltration percolation a permis d'améliorer le taux de réduction des CP, MES et MV. Comparativement à la margine traitée par coagulation floculation seul, l'utilisation de 10g et 20g de Poz (315-500 $\mu$ m) augmente la réduction de la teneur en composés phénoliques de 12,1 et 13,6%, de la matière en suspension de 21% et 22,1% et de la matière volatile de 7,2% et 15%.

**Tableau 4.** Résultats de l'analyse du filtrat

Masse de la pouzzolane	Taux de réduction (%)		
	CP	MES	MV
10g	56,8	97,7	34,5
20g	58,3	98,8	42,3

## ❖ La phase inférieure de la margine décantée

Les résultats de l'analyse de la boue générée par le traitement de la margine brute par coagulation-floculation, en utilisant 4g/L de *Moringa-Oleifera* sont données dans le tableau 4.

Le tableau 4 montre la teneur de la phase inférieure (boue) de la margine traitée en MS, MM et MV comparativement à la margine brute. La teneur moyenne en MS, MM et MV (12,82, 1,28 et 11,54%) de la boue est un peu élevée comparativement à la teneur en MS, MM et MV de la margine brute (10,16, 1,26 et 8,90%).

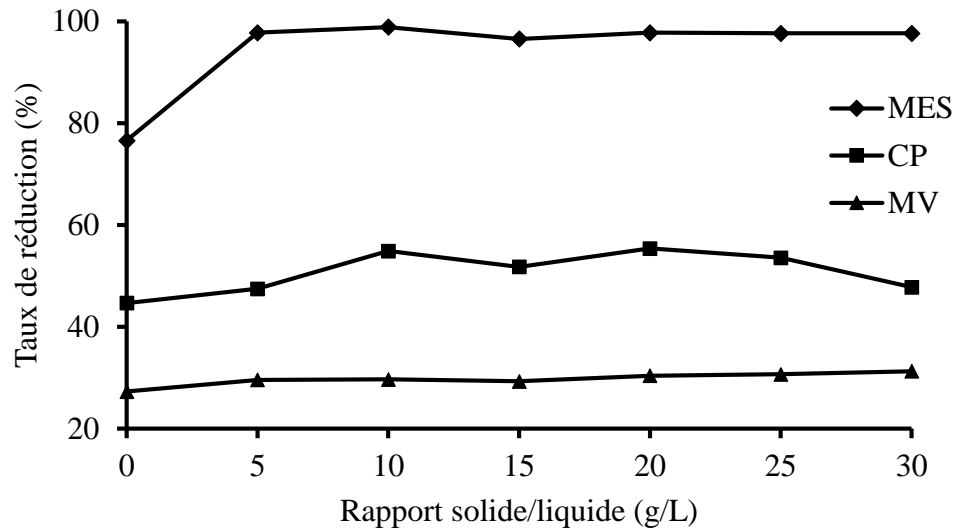
**Tableau 5.** Résultats d'analyse de la phase inférieure (boue) de la margine après décantation.

	TMS (%)	TMM (%)	TMV (%)	TMV/TMS
Margine brute	10,16	1,26	8,90	88,2
Echantillon 1	12,96	1,23	11,73	90,51
Echantillon 2	12,67	1,33	11,34	89,50
moyenne	12,82	1,28	11,54	90,0

#### 2.4. Traitement de la margine par adsorption

La margine a d'abord été traitée par coagulation-floculation en utilisant 4 g/L de *Moringa Oleifera*. Ensuite, le surnageant obtenu a de nouveau été traité par adsorption en utilisant la pouzzolane. La figure 17 représente l'effet du rapport solide/liquide sur le taux de réduction de la matière sèche, de la matière en suspension et des composés phénoliques. Les résultats obtenus montrent une augmentation du taux d'élimination de la MES qui passe de 76,6 à 98 % indépendamment de la dose. Concernant les composés phénoliques, une amélioration du taux de réduction est également enregistrée. Le taux de réduction le plus élevé (54,9 %) est enregistré avec un rapport solide/liquide de 10 g/L ; ce qui correspond à un gain de 10,2 %.

Une faible augmentation du taux de réduction de la matière volatile a été enregistrée. En effet, celle-ci varie entre 2 et 4 %.



**Figure 17.** Effet de la dose de pouzzolane sur la réduction de la teneur en MES, MV et CP de la margine traitée par adsorption ( $[MO]=4g/L$ )

L'ensemble des résultats obtenus suggère que l'utilisation de la pouzzolane pour traiter la margine préalablement traitée par coagulation-floculation, par adsorption ou par infiltration-percolation, améliore le rendement épuratoire.

# **Conclusion Générale**

La caractérisation physico-chimique de la margine étudiée a montré qu'il s'agit d'un effluent acide (pH=4,59) fortement chargé en matière organique notamment en composés phénoliques (8,04 g/L).

L'étude de la décantation de la margine brute sous l'effet de la gravitation seule a montré la nécessité de traiter cet effluent afin de réduire de manière satisfaisante sa charge polluante.

Les essais de traitement par coagulation-floculation en utilisant la poudre de graines de *Moringa Oleifera* a permis de réduire considérablement la teneur en composés phénoliques de la margine brute. Comparativement à la décantation gravitaire, la séparation des phases par centrifugation améliore le rendement épuratoire. En effet, cela permet d'augmenter le taux de réduction des CP, MES, MV et du volume de la margine traitée en un temps très court (20 min au lieu de 24 heures).

En tenant compte du coût du traitement, nous considérons que les meilleurs rendements sont enregistrés en utilisant 6 g/L de *Moringa Oleifera* et en séparant la boue et la margine traitée par centrifugation durant 20 min. Dans ces conditions, les résultats obtenus sont : 81,8 % (v/v) de margine traitée, 18,2 % de boue, 37,3% de réduction de la matière sèche, 57,3% d'élimination des composés phénoliques, 95,4% de la matière en suspension et 37 % de la matière volatile de la margine brute. La margine obtenue après traitement par coagulation-floculation en utilisant le *Moringa Oleifera* peut être destinée à l'irrigation en arboriculture.

**Références**  
**Bibliographiques**

Achak, M., Ouazzani, N., & Mandi, L. (2009). Traitement des margines d'une huilerie moderne par infiltration-percolation sur un filtre à sable. *Revue des Sciences de l'Eau*, 22(3), 421-433.

Achak, M., Ouazzani, N., Yaacoubi, A., & Mandi, L. (2008). Caractérisation des margines issues d'une huilerie moderne et essais de leur traitement par coagulation-floculation par la chaux et le sulfate d'aluminium. *Revue des Sciences de l'Eau*, 21(1), 53-67.

Adeniran, K. A., Akpenpuun, T. D., Akinyemi, B. A., & Wasiu, R. A. (2017). Effectiveness of *Moringa oleifera* seed as a coagulant in domestic wastewater treatment. *African Journal of Science, Technology, Innovation and Development*, 9(3), 323-328.

Aissam, H. (2003). Etude de la biodégradation des effluents des huileries(margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannas. Thèse de doctorat. Université Sidi Mohamed ben Abdellah (Maroc).

Al-Malah K., Azzam M.O.J., Abu-Lail N.I. Olive mills effluent (OME) wastewater posttreatment using activated clay. *Separation and Purification Technology*, 20, 2000, 2252

Al-Rawajfeh, A. E., Fath, H. E., & Mabrouk, A. A. (2012). Integrated salts precipitation and nano-filtration as pretreatment of multistage flash desalination system. *Heat transfer engineering*, 33(3), 272-279.

Alsac, C. (1963). Contribution à l'étude de pouzzolane, comité national Malgache de géologie.

Amjad, M. S., Huma, Q., Muhammad, A., Chaudhari, S. K., & Masood, M. (2015). The incredible queen of green : Nutritive value and therapeutic potential of *Moringa oleifera* Lam. *Journal of Coastal Life Medicine*, 3(9), 744-751.

Aouadi, A., & Arhab, R. (2020). Valorisation nutritionnelle et environnementale d'un sous-produit oléicole margines via la réduction de la méthanogènes ruminale.

Bashir, A., Ajibade, F. O., Ogunshina, M. S., & Choi, K. S. (2019). Dosage and settling time course optimization of *Moringa oleifera* in municipal wastewater treatment using response surface methodology. *Desalin. Water Treat*, 167, 45-56.

Bedbabis, S., Rouina, BB, Boukhris, M. et Ferrara, G. (2014). Effet de l'irrigation avec des eaux usées traitées sur les propriétés chimiques du sol et le taux

Benatti, C. T., Tavares, C. R. G., & Guedes, T. A. (2006). Optimization of Fenton's oxidation of chemical laboratory wastewaters using the response surface methodology. *Journal of environmental management*, 80(1), 66-74.

Benitez, F. J., Acero, J. L., Real, F. J., Rubio, F. J., & Leal, A. I. (2001). The role of hydroxyl radicals for the decomposition of p-hydroxy phenylacetic acid in aqueous solutions. *Water Research*, 35(5), 1338-1343.

COI 2023, [https://www.franceagrimer.fr/content/download/72499/document/Note de Conjoncture\\_HO\\_Dec\\_2023.pdf](https://www.franceagrimer.fr/content/download/72499/document/Note de Conjoncture_HO_Dec_2023.pdf)

De Heredia, J. B., Torregrosa, J., Dominguez, J. R., & Peres, J. A. (2001). Kinetic model for phenolic compound oxidation by Fenton's reagent. *Chemosphere*, 45(1), 85-90.

Degrémont, S. A. : Mémento technique de l'eau. 10<sup>ème</sup> édition, TOM 1. Degrémont Suez, pp. 534-535 (2005).

Dermeche, S., Nadour, M., Larroche, C., Moulti-Mati, F., & Michaud, P. (2013). Olive mill wastes : Biochemical characterizations and valorization stratégies. *Process biochemistry*, 48(10), 1532-1552

État des lieux, contraintes et perspectives The olive sector in Bejaia : Inventory, constraints and prospects. *Journal des Etudes Economiques Contemporaines Volume*, 6(02), 601-624.

Fahey, J. W. (2005). Moringa oleifera: a review of the medical evidence for its nutritional, therapeutic, and prophylactic properties. Part 1. *Trees for life Journal*, 1(5), 1-15.

Galiatsatou P., Metaxas M., Arapoglou D., Kasselouri-Rigopoulou V., Treatment of olive mill waste water with activated carbons from agricultural by-products. *Waste Management* 22, 2002, 803-812.

Garcia-Diaz, E. (1995). *Réactivité pouzzolanique des métakaolinites : corrélations avec les caractéristiques minéralo-gitologiques des kaolinites* (Doctoral dissertation, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne).

Gardner, TN, Wheeler, SJ, Thomas, SD, & Sills, GC (1991). Comportement des sols offshore contenant des bulles de gaz. *Géotechnique*, 41 (2), 227-241.

Gharsallah, N., Labat, M., Aloui, F., & Sayadi, S. (1999). The effect of Phanerochaete chrysosporium pretreatment of olive mill waste waters on anaerobic digestion. *Resources, conservation and recycling*, 27(1-2), 187-192.

Glaze, W. H., Kang, G. W., & Chapin, D. H. (1987). The chemistry of water treatment processes involving ozone, hydrogen peroxide and ultraviolet radiation.

Hamel, C., & Bouheka, A. (2022). *Étude des mortiers à base d'une pouzzolane naturelle locale* (doctoral dissertation, faculté des sciences appliquées département génie civil).

Hannebelle, T., Sahpaz, S., & Bailleul, F. (2004). Polyphénols végétaux, sources, utilisations et potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. *Phytothérapie*, 2, 3-6.

Hendrawati, H., Sumarni, S., & Nurhasni, N. (2016). Penggunaan kitosan sebagai koagulan alami dalam perbaikan Kualitas air danau. *Jurnal Kimia VALENSI*, 1(1), 1-11.

Iboukhoulouf, H. (2014). Traitement des margines des huileries d'olive par les procédés d'oxydation avancée basé sur le système fenton-Like (H<sub>2</sub> O<sub>2</sub>/Cu) (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).

Khalidi, O., & Belarbi, A. (2020). Réalisation d'un capteur parabolique pour le traitement par voie thermique des margines (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).

Khoufi, S., Feki, F., & Sayadi, S. (2007). Détoxification of olive mill wastewater by electrocoagulation and sédimentation processes. *Journal of Hazardous Materials*, 142(1-2), 58-67.

Kofa, G. P., NdiKoungou, S., Kayem, G. J., & Kamga, R. (2015). Adsorption of arsenic by natural pozzolan in a fixed bed : determination of operating conditions and modeling. *Journal of Water Process Engineering*, 6, 166-173.

Kuku-Shittu, O., Onabanjo, O., Fadare, O., & Oyeyemi, M. (2016). Child malnutrition in Nigeria : evidence from Kwara State (Vol. 33). Intl Food Policy Res Inst.

- Madrona, G. S., Serpelloni, G. B., Salcedo Vieira, A. M., Nishi, L., Cardoso, K. C., & Bergamasco, R. (2010). Study of the effect of saline solution on the extraction of the *Moringa oleifera* seed's active component for water treatment. *Water, Air, & Soil Pollution*, 211, 409-415.
- Mantzavinos D., Kalogerakis N., Treatment of olive mill effluent : Part I. Organic matter degradation by chemical and biological processes. *Environment International* 31, 2005, 289-295.
- Marrufo, T., Nazzaro, F., Mancini, E., Fratianni, F., Coppola, R., De Martino, L., ... et De Feo, V. (2013). Composition chimique et activité biologique de l'huile essentielle de feuilles de *Moringa oleifera* Lam. Cultivé au Mozambique. *Molécules*, 18 (9), 10989-11000.
- Mebrouki, A. (2003). Influence de la pouzzolane de Beni-Saf sur les caractéristiques mécaniques des mortiers. *Mémoire de magister. Département de génie civil, Université de Mostaganem*.
- Monties, B. (1980). Les polymères végétaux : Polymères pariétaux et alimentaires non azotés (pp. 345-p). Gauthier-Villard.
- Nhut, H. H., & Le, L. T. (2020). Removal of H<sub>2</sub>S in biogas using biotrickling filter: Recent development. *Process Safety and Environmental Protection*, 144, 297-309.
- Rabia, B. (2021). Synthèse et caractérisation des matériaux à partir du phosphate naturel marocain et leurs applications dans l'adsorption des composés phénoliques des margines.
- Ranalli A. The effluent from olive mills : Proposals for re-use and purification with reference to Italian legislation. *Olivae*, 38, 1991, 19-34.
- Ranalli A., 1991. L'effluent des huiles d'olives : propositions en vue de son utilisation et son épuration. Références aux normes italiennes en la matière. *Olivae*.39 : 18-34.
- Renzo C., Amirante P. (1988) Trattamento di osmosi inversa ed ultrafiltrazione, In proc. Of Inter. Symp, on olive mill wastewater treatment. COI-FAO-APROL, Lecce, Italy.
- Sayad Youcef, Y. (2021). *Comportement des bétons dans les milieux agressifs (cas de Biskra)* (Doctoral dissertation, Université Mohamed Khider–Biskra).
- Sbai, G. et Loukli, M. (2015). Traitement électrochimique des marges et identification des composés avant et après traitement par chromatographie en phase gazeuse couplée par spectroscopie de masse. *Journal LARHYSS P-ISSN 1112-3680/E-ISSN 2521-9782*, (22), 139-152.
- Tanchev, S., Joncheva, N., Genov, N., & Kodounes, M. (1980). Identification of the anthocyanins contained in olives. *Georgike Ereuna*, 4(1), 5-1.
- Venuat, M. (1989). La pratique des ciments-mortiers et bétons. Tome 1: Caractéristiques des liants et des bétons, mise en oeuvre des coulis et mortiers. *Collection Moniteur*.
- Vongsak, B., Sithisarn, P., & Gritsanapan, W. (2014). Simultaneous HPLC quantitative analysis of active compounds in leaves of *Moringa oleifera* Lam. *Journal of chromatographic science*, 52(7), 641-645.
- Yay, A. Suna Erses, Oral, H. Volkan, Onay, Turgut T., et al. Une étude sur la gestion des eaux usées des moulins à huile d'olive en Turquie : un questionnaire et une approche expérimentale. *Ressources, conservation et recyclage*, 2012, vol. 60, p. 64-71.

Zaidi, H., Meradi, O., & Bouznit, M. (2021). La filière oléicole à Bejaia : Etat des lieux, contraintes et perspectives. *Journal des études économiques contemporaines*, 6 (02) 601-624.

Zaier, H., Chmingui, W., Rajhi, H., Bouzidi, D., Roussos, S. et Rhouma, A. (2017). Caractérisation physico-chimique et microbiologique des eaux usées des moulins à olives (OMW) de différentes régions de la Tunisie (Nord, Sahel, Sud).

Zare, K., Gupta, V. K., Moradi, O., Makhoulouf, A. S. H., Sillanpää, M., Nadagouda, M. N., ... & Kazemi, M. (2015). A comparative study on the basis of adsorption capacity between CNTs and activated carbon as adsorbents for removal of noxious synthetic dyes : a review. *Journal of nanostructure in chemistry*, 5, 227-236.

# **Annexe**

---

Annexe I :**Le dosage des composés phénoliques**

Le dosage des composés phénoliques totaux de la margine a été réalisé en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. En milieu alcalin les composés phénoliques réduisent l'acide phosphomolybdique ( $H_3 PMO_{12}O_{40}$ ) et l'acide phosphotungstique ( $H_3 PW_{12}O_{40}$ ) du réactif de Folin-Ciocalteu en un mélange de couleur bleu d'oxyde de tungstène ( $W_8O_{13}$ ) de molybdène ( $Mo_8O_{13}$ ). L'intensité de la coloration bleu est proportionnelle à la concentration des composés phénoliques dans la margine.

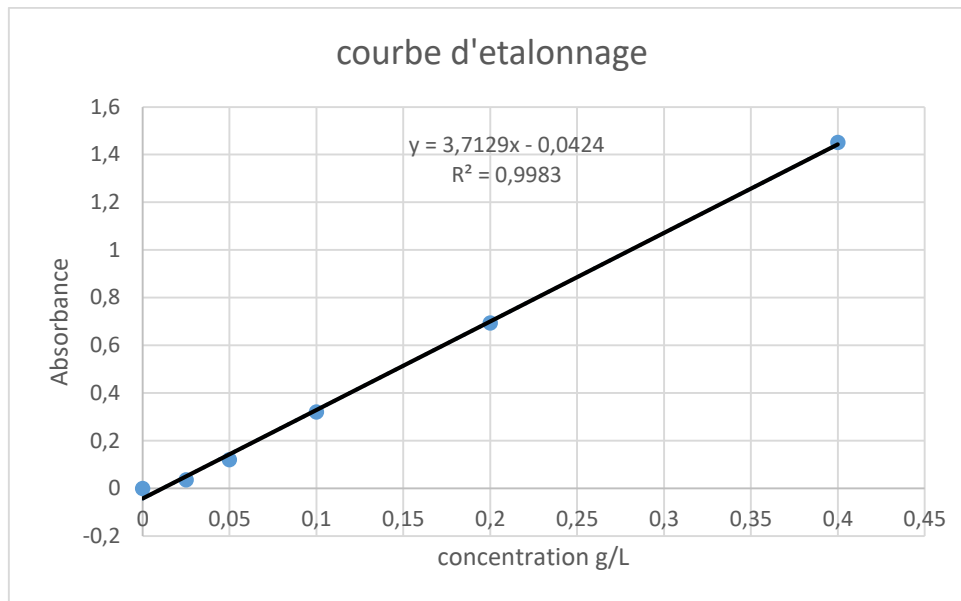
La teneur en composés phénoliques a été déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage préalablement obtenue en utilisant des solutions d'acides gallique à différente concentration.

Pour chaque essai réalisé, la margine traitée a été diluée 100 fois, puis doser par la méthode de Folin-Ciocalteu cité ci-dessous :

Dans un tube à essai contenant 0.5 ml margine qui a été diluée 100 fois, sont ajoutés 10 ml d'eau distillée et 0.5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3 min de réaction, 1 ml d'une solution saturée de  $Na_2CO_3$  est ajouté au mélange. La solution obtenue est bien agitée et laissée à l'obscurité pendant 40 min jusqu'à apparition d'une coloration bleu. La densité optique de la solution est mesurée contre l'essai à blanc à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible de marque SHIMADZU à une longueur d'onde de 751 nm.

L'acide gallique a servi d'étalon pour le tracer de la courbe d'étalonnage. Une solution mère de l'acide gallique de concentration de 0,4 g/L a été préparée en dissolvant une masse de 0,04 g de ce composé dans 100 mL d'eau distillée. Des solutions filles de concentration : 0,025 ; 0,05 ; 0,1 ; 0,2 g/L ont été préparées par dilution mère.

La courbe d'étalonnage de l'acide gallique est représentée dans la figure 1.



**Figure 1.** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

Annexe II :

**Broyage des grains de pouzzolane**



**Figure 2.** Broyeur de marque FRITSCH Pulverisette

Le broyat obtenu après le prétraitement (broyage) de la pouzzolane qui consiste à utiliser une série de tamis, emboîtées les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures décroissantes du haut vers le bas. Le matériau étudié est placé en partie supérieure des tamis et le classement des grains s'obtient par vibration de la colonne de tamis.

Annexe III :

**Figure 3.** Tamiseuse de marque Retsch ANALYSENSI

Annexe IV :

## Spectroscopie infrarouge

Les énergies mises en jeu sont principalement des énergies de vibrations (pics plus intenses que pour les rotations) et de rotation qui sont de deux sortes : les vibrations de déformation et les vibrations d'élongation.



**Figure 4.** Spectroscopie infra rouge

Annexe V :**Figure 5.** Appareil de B.E.TAnnexe VI :

Le tableau suivant représente les résultats du rapport volumique et le taux de réduction des MS, MV, MES, CP, Ph et CE de la margine décantée seule, et avec l'utilisation de différents coagulants.

**Tableau 1 :** les résultats de taux de réduction des MS, MV, CP, MES, pH, et CE de la margine décanté seule et avec les différents coagulants testés.

	Vs/Vm (%)	Taux de réduction (%) dans le surnageant					
		MS	MV	CP	MES	pH	CE
Margine seule	62	29,7	45,6	26,7	96,6	4,60	6,1
CaSO <sub>4</sub> ,1/2H <sub>2</sub> O (10 g/L)	50	23,9	24,6	36,7	93,7	4,26	7,2
CaCO <sub>3</sub> (10 g/L)	49	29,6	31,8	50	88,8	5,10	6,5
NaCl (10 g/L)	63	15,7	24,2	26,7	96,0	4,21	13,81
Moringa Oleifera (10 g/L)	61	31,3	49,4	46,7	97,5	4,37	6,13