



**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université Mouloud MAMMARI de TIZI-OUZOU**  
**Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Alimentaires**  
**Département des sciences alimentaires**

**Mémoire de fin de cycle**

En vue d'obtention du diplôme de master II

**Filière : science alimentaire**

**Option : Agro-alimentaire et contrôle de qualité**

Thème

**Evaluation de la qualité physicochimique et  
microbiologique des margines et leur  
valorisation par saponification**

**Réalisé par :**

**BOUHADDA** Tiziri

**DABEL** Fairouz

**Devant le jury :**

M <sup>me</sup> BOUKANDOUL S.	Présidente	MCB	UMMTO
M <sup>me</sup> TABLI N.	Examinatrice	MCB	UMMTO
M <sup>me</sup> REZZAK/MEDJKOUH L.	Promotrice	MCA	UMMTO

**Année universitaire 2022/2023**

## REMERCIEMENTS

*En préambule, on remercie le bon Dieu qui nous a donné la force et le courage tout au long de ce travail.*

*Nos remerciements vont à Mme REZZAK/MEDJKOUH Lynda qui a contribué à l'élaboration de ce mémoire, et aussi pour son encadrement, sa disponibilité, son expérience, son encouragement, sa générosité, sa confiance en mes capacités, ses précieux conseils tout au long de ce travail, toutes ses corrections pour ce manuscrit.*

*Nos vifs remerciements vont à Mr HOUALI pour ses conseils précieux sa façon dont il nous a orienté vers l'élaboration de ce mémoire.*

*Nos remerciements sont adressés aux membres des jury ont accepté d'examiner et de juger notre travail M<sup>me</sup> BOUKANDOUL et M<sup>me</sup> TABLI.*

*En fin notre gratitude pour l'ensemble des professeurs de la spécialité Agroalimentaire et contrôle de qualité.*

## DÉDICACES

*Je dédie ce modeste travail à :*

*Tous ceux qui m'ont aidé de le réaliser, mes chers parents source de tendresse et d'amour,*

*que Dieu les garde pour moi*

*A mon très cher frère Kouciela*

*A ma binôme DABEL Fairouz*

*A mes meilleurs amis : Maya, Amine, Takfarinas, Nazim*

*A tous ce que j'ai omis de citer.*

*TIZIRI*

## DÉDICACES

*Je dédie cet humble travail à toute ma famille, mes chers parents*

*A mes précieuses sœurs : Samira, Ryma*

*A mon cher frère : Mouhamed*

*A ma binôme : BOUHADDA Tiziri*

*A mes tantes et tous mes amis du long parcours scolaire et universitaire*

*Tous qui m'aiment et que j'aime.*

**FAIROUZ**

## Liste des abréviations

---

- **COI** : Conseil Oléicole International
- **°C** : Degré Celsius
- **CT** : Coliforme totaux
- **CF** : Coliforme fécaux
- **DBO** : Demande biologique en oxygène
- **DCO** : Demande chimique en oxygène
- **DPPH** : 2,2diphényl 1-picryl-hydrazyl
- **EAG** : Equivalent d'acide gallique
- **FMAT** : Flore mésophile aérobie totales
- **FAQ** : Organisation des nations unies pour l'aliment et l'agriculture
- **MES** : Matières en suspension
- **MgEQ** : milligrammes d'équivalent de quercétine
- **pH** : Potentiel d'hydrogène
- **PCA** : Plate Count Agar
- **TE** : Teneur en eau
- **VRBL** : La gélose lactosée biliée au cristal violet et au rouge neutre

## Liste des tableaux

---

<b>Tableau I :</b> Composition chimique générale des margines .....	13
<b>Tableau II :</b> Composés minéraux des margines issus de deux systèmes d'extraction de l'huile .....	14
<b>Tableau III :</b> La teneur des monomères phénoliques rencontrés dans les margines .....	16
<b>Tableau IV :</b> Caractérisation physicochimique des margines étudiées.....	30
<b>Tableau V :</b> Les résultats de la teneur en polyphénols.....	32
<b>Tableau VI :</b> Caractérisation microbiologique des margines .....	33

## Liste des figures

---

<b>Figure n°01</b> : La production mondiale de l'huile d'olive .....	4
<b>Figure n°02</b> : Les pays principaux producteurs de l'huile d'olive .....	5
<b>Figure n°03</b> : Schéma des différents procédés de production d'huile d'olive .....	9
<b>Figure n°04</b> : Origine des margines .....	10
<b>Figure n°05</b> : La margine .....	12
<b>Figure n°06</b> : Structure de DPPH et mécanisme de sa réduction par un antioxydant .....	24
<b>Figure n°07</b> : Etapes de préparation du savon.....	27
<b>Figure n°08</b> : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.....	31
<b>Figure n°09</b> : la courbe d'étalonnage de la quercétine .....	32
<b>Figure n°10</b> : Résultat du DPPH sur l'extrait des margines .....	33
<b>Figure n°11</b> : Résultats du développement des bactéries dans les margines.....	34
<b>Figure n°12</b> : Résultats du développement des levures et moisissures des margines .....	35

## Table des matières

---

Remerciements

Dédicaces

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale ..... 1

### CHAPITRE I : L'huile d'olive.

Introduction ..... 3

I.1. Oléiculture ..... 3

    I.2. La production oléicole en Algérie ..... 3

I.3. Production mondiale de l'huile d'olive ..... 4

I.4. Technologie de transformation d'olives ..... 5

    I.4.1. La récolte des olives ..... 6

    I.4.2. Le nettoyage et l'effeuillage ..... 6

    I.4.3. Le broyage ..... 6

    I.4.4. Malaxage ..... 6

    I.4.5. La séparation des phases ..... 7

        I.4.5.1. Séparation des phases liquides-solides ..... 7

        I.4.5.2. Séparation des phases huile-eau ..... 7

I.5. Procédé d'extraction de l'huile d'olive ..... 7

    I.5.1. Système traditionnel ..... 7

    I.5.2. Système d'extraction continu ou par centrifugation ..... 8

        I.5.2.1. Système continu en trois phases ..... 8

## Table des matières

---

I.5.2.2. Système continu en deux phases .....	9
I.6. Les bienfaits de l'huile d'olive .....	10
I.6.1. L'huile d'olive et la santé .....	10
I.6.2. La peau et le vieillissement .....	11
<b>CHAPITRE II. Généralité sur la margine</b>	
II.1. Définition .....	12
II.2. Composition physicochimique des margines .....	12
II.2.1. Les résidus secs .....	13
II.2.2. Fraction minérale .....	13
II.2.3. Fraction organique .....	14
II.2.4. Sucres .....	15
II.2.5. Fraction azotée .....	15
II.2.6. Huiles .....	15
II.2.7. Fraction phénolique .....	15
II.3. Effet biologique phénols .....	16
II.4. Caractérisation microbiologique .....	17
II.5. Impact des effluents d'huileries sur l'environnement .....	18
II.5.1. La pollution de l'air .....	18
II.5.2. La pollution des eaux .....	18
II.5.3. La pollution des sols .....	19
II.6. Différentes valorisations des margines .....	19
II.6.1. Production de biogaz .....	19
II.6.2. Production de compost .....	19

## Table des matières

---

II.6.3. Utilisation des margines en alimentation animales .....	19
II.6.4. Production d'enzymes .....	20
II.6.5. La saponification.....	20

### Chapitre III : Matériel et méthode

#### Partie I

III.1. Provenance des margines.....	21
III.2. Caractérisation physicochimique des margines.....	21
III.2.1. Teneur en eau.....	21
III.2.2. Matière en suspension (MES).....	22
III.2.3. Détermination de potentiel hydrique .....	22
III.2.4. Détermination de la conductivité.....	22
III.3. Extraction et dosage des polyphénols totaux des margines.....	22
III.3.1. Délipidation des margine .....	22
III.3.2. Extraction des composés phénoliques .....	23
III.3.2.1. Détermination de la teneur des composés totaux des margines .....	23
III.3.2.2. Dosage des flavonoïdes .....	23
III.4. Détermination de l'activité antiradicalaire des margines .....	24
III.5. Caractérisation microbiologique des margines.....	24
III.5.1. Dénombrement de la flore totale aérobie mésophile (FTAM) .....	25
III.5.2. Ensemencement par étalement sur gélose nutritive (PCA) .....	25
III.5.3. Dénombrement des coliformes fécaux et totaux .....	25
III.5.4. Recherche des staphylocoques .....	25
III.5.5. Dénombrement des levures et moisissures .....	25

## Table des matières

---

### Partie II

III.2. Préparation du savon .....	26
III.2.1. Calcul de la teneur des différents constituants .....	26
III.2.2.1. Huile d'olive .....	26
III.2.2.2. Margine.....	26
III.2.2. Procéder de fabrication du savon.....	27
III.2.2.1. Préparation de la solution de soude .....	27
III.2.2.2. Préparation du mélange d'huile-solution de la soude.....	28
III.2.2.3. Moulage .....	28
III.2.2.4. Démoulage et séchage .....	28
III.3. Analyse de quelques paramètres du savon .....	28
III.3.1. Potentiel Hydrique .....	28
III.3.2. Dureté .....	28
III.3.3. Pouvoir nettoyant.....	29
III.3.4. Douceur .....	29
III.3.5. Pouvoir moussant .....	29

### Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1 Caractérisation physicochimique des margines .....	30
IV.1.1 Teneur en eau .....	30
IV.1.2 Matières en suspension (MES).....	30
IV.1.3 Potentiel hydrique (pH) .....	31

## Table des matières

---

IV.1.4 La Conductivité électrique .....	31
IV.1.5 La teneur en polyphénols .....	31
IV.1.6 La teneur en flavonoïdes .....	32
IV.1.7. Evaluation de l'activité antioxydante des margines par le test DPPH .....	33
IV.2. Caractérisation microbiologique des margines .....	33
IV. 2.1 Coliformes totaux et fécaux, streptococcus aureus .....	34
IV.2.2 levures et moisissures .....	34
IV.2.3 Effet des caractéristiques physicochimiques et de l'activité antibactérienne des margines.....	35
IV.3. Mesure du Ph du savon .....	35
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>36</b>

### Références bibliographiques

### Résumé



# **Introduction générale**

## Introduction générale

---

L'olivier est un arbre cultivé depuis l'antiquité dans toutes les régions qui bordent la méditerranée (**Tissot, 1937**). C'est une espèce qui occupe une place importante dans l'arboriculture fruitière. La production mondiale d'huile d'olive est concentrée dans la région méditerranéenne avec 98%, dont 75% sont produites par les États de l'Union Européenne (**Kavallari et al., 2011**).

En Algérie, l'oléiculture occupe une place très importante, cette activité engendre plus de l'huile comme produit principal, une grande quantité de sous-produits constituée de grignons et des margines (**Hamlat, 2022**). En effet, la production de l'huile d'olive nécessite de grandes quantités d'eau, par conséquent cette industrie génère une énorme quantité de déchets liquides tels que les margines. Les pays producteurs d'huile d'olive en l'occurrence l'Algérie sont confrontés à la problématique de leur élimination des margines (**khemiri, 2021**). Ces derniers, ou eaux de végétation déversées dans la nature, sans traitement préalable sont responsables d'une source de pollution inéluctable (**Gharby, 2013**) due principalement à leur contenu en différentes substances en matière organique telles les sucres, tannins, composés phénoliques, acides organiques et lipides (**El Abbassi, 2013**). Les margines sont bien plus nuisibles que les eaux usées urbaines. Pour éviter toute pollution possible, le traitement et la valorisation de ces résidus est devenue une nécessité (**El Abdouni, 2020**).

La valorisation des margines constitue l'une des clés permettant de résoudre la problématique de la gestion de ces effluents. Aussi, il est plus judicieux de ne pas les traiter comme un déchet nuisible mais comme un sous-produit nécessitant l'installation d'une filière de valorisation éco-responsable et structurée (**saf, 2022**).

Malgré leur profil polluant, les composés phénoliques des margines ont un intérêt cosmétologique sur la peau en luttant contre les radicaux libres responsables de 80% du vieillissement. Les polyphénols piègent les formes actives de l'oxygène et ont un effet bénéfique sur l'élastine et le collagène et sont employés dans des compositions cosmétiques, comme agent d'éclaircissement ou agent anti tâches de la peau (**El Abbassi, 2013**).

C'est dans ce contexte que s'inscrit ce modeste travail de fin d'étude. Il consiste à la valorisation de ces effluents aqueux (margines) issus de l'extraction de l'huile d'olive en les utilisant comme un produit naturel pour fabriquer du savon. Ainsi, l'incorporation de ces sous-produits dans le domaine cosmétique offre une alternative intéressante pour relever le défi de leur élimination et résoudre un problème environnemental.

## **Introduction générale**

---

Ce mémoire est scindé en deux grandes parties principales ; la partie bibliographique subdivisée en deux chapitres essentiels :

Le premier chapitre consiste à une recherche bibliographique qui comporte la répartition de l'activité oléicole, la production de l'huile d'olive à l'échelle mondiale et nationale, les différentes méthodes d'extractions d'huile et les bienfaits de cette dernière sur la santé de l'Homme.

Le deuxième chapitre, quant à lui, porte sur les généralités sur les margines et leur valorisation ;

Le troisième chapitre représente d'une part les différentes méthodes et traitements utilisés pour la caractérisation physicochimique et microbiologique des margines et d'autre part la fabrication du savon.

Le quatrième et dernier chapitre présente les résultats des différents tests et paramètres effectués et leur discussion.



# **Chapitre I**

## **L'huile d'olive**

L'olivier (*Olea europaea* L., Oléacées) est un arbre durable et persistant qui peut vivre et donner des olives pendant plus d'un siècle (**Khalili et al., 2022**). Son histoire se confond avec celle des civilisations qui ont vu le jour autour du bassin méditerranéen. Ainsi, l'olivier et son huile occupent une place prépondérante dans la culture et le patrimoine des grandes civilisations antiques (**Henry, 2003**).

La culture de l'olivier en Algérie est une activité ancestrale depuis son introduction par les phéniciens en Afrique du nord et particulièrement en Algérie. En effet, les pressoirs d'olive existants au niveau des hauts-plateaux représentent des témoins de cette ancienne activité durant l'époque romaine (**Mendil et Sebai, 2006**).

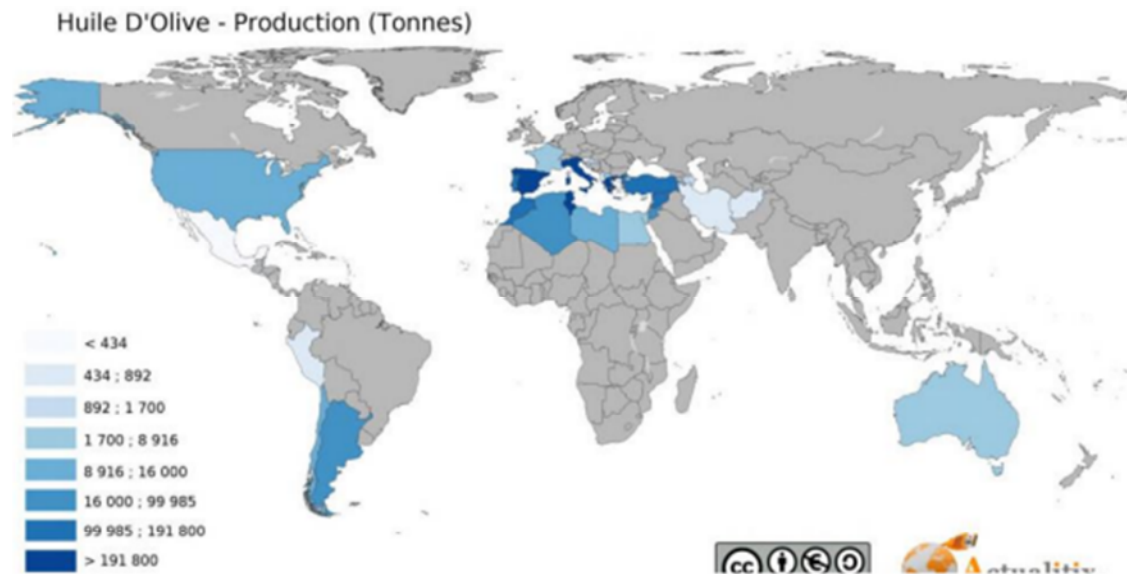
L'huile d'olive est tirée du fruit de l'olivier (*Olea europaea*). C'est l'unique huile susceptible d'être consommée directement telle qu'elle sort du fruit. Sa production nécessite un équipement spécifique qui ne peut être employé pour la trituration d'aucune autre matière oléagineuse (**Guissois, 2019**).

## **I. Généralités**

### **I.1. Oléiculture**

L'oléiculture occupe toutefois une partie très importante dans l'économie agricole de certains pays méditerranéens et la tendance de la consommation mondiale est à la hausse, en outre, on compte actuellement plus de 900 millions d'oliviers cultivés à travers le monde (**Benhayoun et al., 2007**).

La culture de l'olivier remonte en Algérie à la plus haute antiquité. Nos paysans s'y consacraient avec art durant plusieurs siècles. L'olivier et ses produits constitueraient alors l'une des bases essentielles des activités économiques des populations rurales. Cette oléiculture s'étend sur les régions montagneuses du secteur traditionnel notamment dans les wilayas de Tizi-Ouzou, Sétif et Constantine (**Alloum, 1974**).



**Figure n°01 : La production mondiale de l'huile d'olive (FAO, 2016).**

## I.2. Production mondiale de l'huile d'olive

Le patrimoine oléicole mondiale est composé d'environ 930 millions d'oliviers, dont 830 sont localisés autour du bassin méditerranéen (Figure n°1), et représentent plus de 90% des oliveries du monde, avec l'Espagne comme premier producteur, suivis par l'Italie, la Grèce, la Turquie, le Maroc, le Portugal, la Tunisie et l'Algérie (**Hamlat, 2022**).

Selon l'Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture (FAO), la production d'huile d'olive est prédominante dans les pays méditerranéens : Espagne, Italie, Grèce, Turquie, Syrie, Tunisie et Maroc (Figure n°2), la production de ces pays représente 97% de la production mondiale estimée à 2.500.000 tons.

Pendant la campagne oléicole 2018 /2019, la production d'olives destinée à l'huile représentait 3 135 000 tonnes, et celle destinée aux olives de table était de 2 751 000 tonnes (**COI, 2020**).

Selon les données officielles des pays et les estimations de secrétariats exécutif du COI, la production mondiale de la campagne 2021/2022 pourrait atteindre environs 3 098 500 t, soit une augmentation 2,9 % par rapport à la campagne précédente.

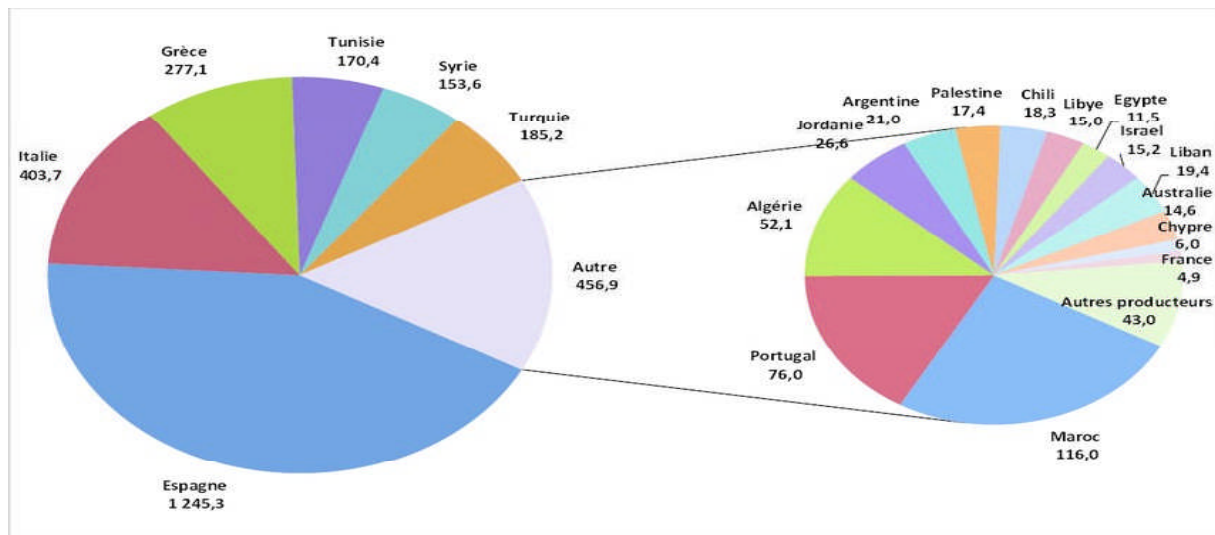


Figure n°02 : Les pays principaux producteurs de l'huile d'olive (COI, 2015).

### I.3. La production oléicole en Algérie

En Algérie, l'oléiculture joue un rôle économique, social et environnemental important. Le verger oléicole national couvre une superficie de plus 450 mille hectares avec un nombre d'olivier atteignant les 62 millions arbres (DSASI, 2018).

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. La filière oléicole occupe 389 000 ha (Lamani et Ilbert, 2016).

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 (Hadjou et al., 2013).

### I.4. Technologie de transformation des olives

Selon le COI L'huile d'olive est une huile obtenue à partir du fruit de l'olivier, à l'exclusion des huiles obtenues par extraction avec des solvants par des procédés de ré estérification, ou par n'importe quel mélange avec d'autres d'huiles de nature différente. L'huile d'olive ne demande aucune étape de raffinage ni aucune transformation chimique. Grâce à cette simplicité procédurale, l'huile d'olive est produite depuis l'antiquité (Bekkar, 2019).

### I.4.1. La récolte des olives

La récolte des olives doit intervenir lorsque les fruits atteignent le niveau maximum de la maturité pour avoir un rendement maximal à l'extraction, et assurer la meilleure qualité à l'huile d'olive. Toutefois, la prolongation de la récolte après la maturité des fruits entraîne une réduction des substances aromatiques de l'huile ainsi qu'une augmentation de l'acidité (**Iddir, 2020**).

Il existe de nombreuses méthodes de récolte des olives, elles varient d'une région à l'autre : la méthode traditionnelle (la méthode à la main), la cueillette en peignes manuel et la récolte mécanisée des olives.

### I.4.2. Le nettoyage et l'effeuillage

Après la récolte, les olives sont transférées au moulin, les olives pesées puis nettoyées dans un système de laveuse-effeuilleuse ce qui permettra d'en retirer les impuretés (terre, cailloux, feuilles...). La laveuse s'agit d'un système mécanique où les olives passent sous des jets d'eau afin qu'elles soient nettoyées de toute poussière. L'effeuillage, quant à lui, est assuré par des hottes qui aspirent et par des trémies qui retiennent les feuilles et les bois (**Veillet, 2010**).

### I.4.3. Le broyage

Les olives propres passent ensuite, dans des broyeurs. Le broyage (ou trituration) des olives a pour but de détruire les cellules des olives afin que celles-ci puissent libérer le contenu cellulaire des drupes. Deux types de broyeurs sont plus répandus :

- a) **Broyeur à meule en pierre** : ce broyeur est utilisé dans le système discontinu exposé à l'air, il tourne à une vitesse de rotation très lente (**Bianchi, 1999**) ;
- b) **Broyeur à marteaux** : On distingue plusieurs types : des broyeurs métalliques à marteaux, à dents ou à disques, à rouleaux. Ce broyeur est utilisé dans le système continu, il est plus pratique et moins coûteux (**Amirantes et al., 2002**).

### I.4.4. Malaxage

Le malaxage a pour but d'homogénéiser la pâte d'olive mais il permet également d'augmenter le regroupement des gouttelettes d'huile en gouttes de plus grande dimension de façon qu'elles puissent être séparées de la pâte (**Iddir, 2020**).

### **I.4.5. La séparation des phases**

Une fois la pâte d'olive homogénéisée et la coalescence effectuée, l'étape suivante consiste en la séparation de la phase solide et de la phase liquide. Deux systèmes de séparation de phases sont adaptés : un système de presse et un système de centrifugation horizontale.

#### **I.4.5.1. Séparation des phases liquides-solides**

La pâte malaxée est ensuite pressée ou centrifugée horizontalement afin de séparer les phases solides et liquides. La phase solide s'appelle « grignons » c'est l'un des deux principaux sous-produits de la fabrication de l'huile d'olive, il contient les restes des noyaux ainsi que la peau et la pulpe des olives dépourvues de leur huile. La phase liquide s'appelle « margines » constitue le second sous-produit de la fabrication de l'huile d'olive, est un mélange d'eau et d'huile qu'il faut séparer par centrifugation ou par une simple décantation gravitationnelle. La phase grasse est l'huile d'olive pure (Veillet, 2010).

#### **I.4.5.2. Séparation des phases huile-eau**

Cette étape est facultative pour certaines techniques. L'huile d'olive et l'eau ont des densités très différentes (0.913 pour l'huile d'olive, 0.9982 pour l'eau à 20°C), ce qui fait que ces deux liquides ne sont pas séparables par gravité dans des conditions standards. La méthode la plus simple pour les séparer est donc la décantation gravitationnelle. Pour cela les phases liquides sont placées dans des cuves en inox et les laisser reposer, puis retirer l'eau de végétation et conserver que l'huile d'olive (Veillet, 2010).

### **I. 5. Procédé d'extraction de l'huile d'olive**

Le type, la qualité et la quantité de résidus provenant de l'extraction d'huile d'olive ou du traitement des olives ne dépendent pas uniquement de la variété et de la maturité des olives ainsi que la région d'origine des olives, mais également de la méthode d'extraction utilisés (Roig *et al.*, 2006). Les procédés d'extraction de l'huile d'olive comprennent des procédés discontinus (pressage) ou continus (centrifugation). Ils sont illustrés dans la figure n°03 (Saf, 2022).

#### **I.5.1. Système traditionnel**

C'est une méthode traditionnelle qui utilise des presses métalliques ou des presses hydrauliques. Après le broyage des olives, la pâte est empilée sur les scourtins, à raison de 5 à 10kg/scourtin, qui sont ensuite 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<sup>2</sup>. La phase liquide s'écoule dans un

bac tandis que le grignon reste sur les scourtins. L'huile obtenue est séparée des margines par décantation naturelle ou centrifugation verticale. Cette opération dure environ 40 à 60 minutes. Ensuite chaque scourtin est débarrassé de son grignon en le tapant comme un tapis. Ces systèmes d'extraction par presse, sont classés selon la pression exercée (Selaimia, 2018).

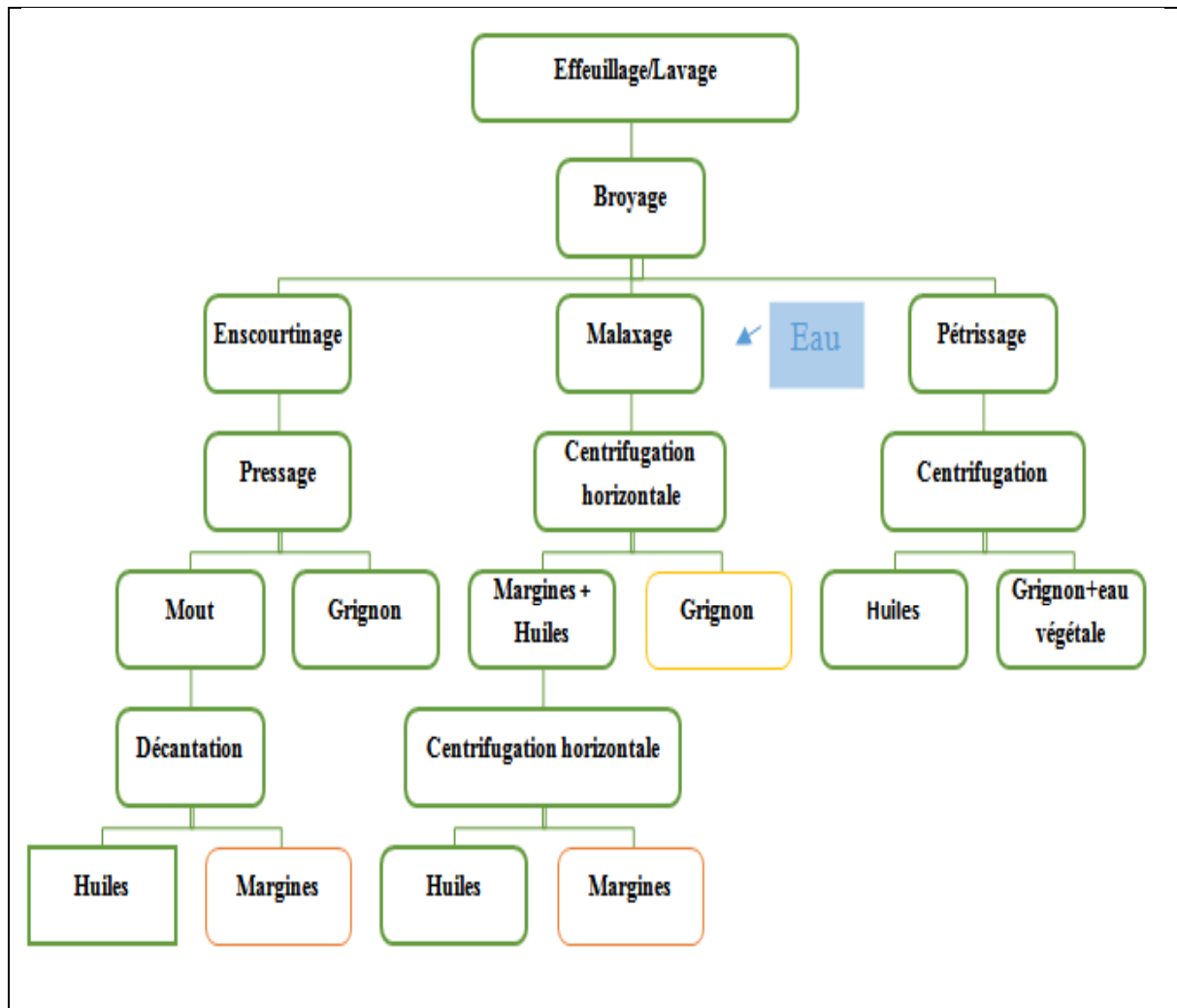
### **I.5.2. Système d'extraction continu ou par centrifugation**

C'est la méthode la plus couramment utilisée, elle permet d'améliorer la qualité des huiles, comme elle réduit les coûts de la transformation (Clément *et al.*, 2009). Il s'agit d'un système d'extraction en continu avec deux centrifugations, horizontale et une autre verticale. Cette dernière peut être à trois phases ou l'addition de l'eau est indispensable avec obtention des trois sous-produits margines, huile et grignon. Comme aussi peut être à deux phases où il n'y'aura pas d'injection d'eau ou très peu d'eau avec obtention d'huile et de grignon plus humide (Labdaoui, 2017).

L'extraction mécanique de l'huile est réalisée selon un procédé continu basé sur la centrifugation avec un décanteur. La centrifugeuse à décantation est conçue avec convoyeur à vis et bol rotatif, permettant de traiter de grandes quantités d'olives en peu de temps. Deux décanteurs centrifuges sont utilisés actuellement la centrifugation biphasée et la centrifugation triphasée (Sounni, 2021).

#### **I.5.2.1. Système continu en trois phases**

Le processus de centrifugation en trois phases a été introduit dans les années 1970 afin d'augmenter la capacité de transformation et le rendement d'extraction et réduire la main d'œuvre (El Abassi *et al.*, 2017). L'addition de l'eau chaude est nécessaire à l'étape de centrifugation, 1.25 à 1.75 fois supérieure à une extraction traditionnelle et donc génère une quantité importante de margines qui représente 80 à 120 L/100 Kg d'olive (Alburquerque *et al.*, 2004). Le processus génère trois phases : une phase liquide, phase aqueuse sous forme de margines et un résidu solide (grignon) : tourteau d'olive ou pulpe d'olive et noyaux (Sounni, 2021).



**Figure n°03** : Schéma des différents procédés de production d'huile d'olive

(Saf, 2022).

### I.5.2.2. Système continu en deux phases

Ce système d'extraction est plus respectueux pour l'environnement car il ne procède pas à l'augmentation du volume des margines et il est qualifié d'écologique en raison de la réduction de la consommation d'eau (Bendjedou et Selamia, 2020).

Ce système permet de séparer l'huile sans ajouter de l'eau ou peu au décanteur, ce qui donne lieu non seulement à une réduction importante de la consommation d'eau et d'énergie de chauffage par rapport au système à trois phases mais également à la diminution du volume d'effluents liquides et leur charge polluante, le sous-produit obtenu est le mélange des grignons et des margines (Mizi, 2006).

## I.6. Les bienfaits de l'huile d'olive

L'huile d'olive bénéficie, d'une image positive grâce à ses propriétés bienfaitrices sur le plan de la nutrition et de la santé. Elle occupe une place très importante dans toutes les cultures méditerranéennes depuis plusieurs siècles et dans les dernières décennies elle gagne du terrain au niveau de la planète (Serra, 2009 ; Terra *et al.*, 2009).

### I.6.1. L'huile d'olive et la santé

L'huile d'olive bénéficie d'une image de qualité, nombreuses études ont prouvé ses bienfaits sur la santé humaine :

- \* L'huile d'olive est un excellent remède pour la santé humaine car elle contient de l'acide linoléique oméga-6 (ACE : Acide gras essentiel) ;
- \* Des études épidémiologiques ont montré que l'huile d'olive exerce beaucoup d'effets protecteurs contre certains types de tumeurs malignes et de cancer affectant la prostate, le sein, les intestins, le colon et l'œsophage ;
- \* Une étude publiée par *The Archives of Internal Medicine* a montré que les femmes qui consomment une quantité importante d'acides gras mono insaturés ont un risque moins élevé de développer un cancer de sein (Labdaoui, 2017).
- \* L'adoption d'une alimentation saine, dont la source principale de matières grasses est l'huile d'olive a considérablement réduit l'incidence de ces tumeurs et permet également de renforcer le système immunitaire face aux agressions externes causées par des microorganismes, il peut également aider à prévenir ou de retarder l'apparition du diabète contribuant les triglycérides et en permettant un meilleur contrôle de la glycémie et une diminution de la pression artérielle, et un risque moins élevée de souffrir de reflux d'acidité ;
- \* De même l'huile d'olive est recommandée pour les traitements de différentes maladies qui exigent que la fonction hépatique soit préservée, notamment l'insuffisance pancréatique, la pancréatite chronique, la fibrose kystique et l'hypertension qui est l'un des principaux facteurs du développement de l'athérosclérose ;
- \* Des études ont montré que la consommation régulière d'huile d'olive abaissait le taux de cholestérol total des LDL (mauvais cholestérol) de 13% tandis qu'elle augmente le taux des HDL (bon cholestérol). Cette action due à la forte teneur en acide gras mono insaturés qui protège le cholestérol LDL de l'oxydation contribuant à prévenir l'athérosclérose (Montpellier, 2019).

### I.6.2. La peau et le vieillissement

En plus des polyphénols, l'huile d'olive renferme des quantités substantielles de vitamine E, qui constitue une source prédominante de protection contre les radicaux libres responsables de l'oxydation cellulaire. De plus, elle est également riche en vitamines A, D et K, ainsi, l'huile d'olive est un précieux allié dans le cadre des processus dermatologiques tels que l'acné, le psoriasis et les eczémas.

Grâce à sa teneur élevée en divers antioxydants (vitamine E, polyphénols etc.), l'huile d'olive permet de réduire le stress oxydatif et la formation de radicaux libres, molécules impliquées dans certaines maladies chroniques et dans le processus de vieillissement.

De plus la consommation régulière de l'huile d'olive augmente l'espérance de vie, ce qui a été bien montré par des études épidémiologiques (**Montpellier, 2019**).



# **Chapitre II**

## **Généralités sur les margines**

### II.1. Définition

Les margines se présentent comme un liquide résiduel aqueux, de couleur brune rougeâtre, qui se transforme en margine de couleur noir, d'aspect trouble et une odeur spécifique d'huile d'olive. Elles sont caractérisées par un pH acide (Figure04).

Les margines, l'ensemble de déchets liquides, sont constituées, en fonction du système de séparation utilisé dans l'opération d'extraction : des eaux de lavage du fruit, des eaux de rinçage de trémies de stockage, des eaux ajoutées au cours du malaxage, et des eaux de végétation de l'olive elle-même, qui représentent à elles seules 40 à 50% des eaux (Nefzaoui, 1991).



**Figure n°04** : La margine

Les margines, sont appelées aussi les eaux de végétations. Elles font référence aux effluents liquides qui sont produits lors du processus d'extraction de l'huile d'olive à partir des olives.

Les eaux de végétation ou margines sont le liquide résiduel qui résulte de la deuxième étape d'extraction. Elles contiennent généralement une quantité significative d'huile résiduelle, de particules de pulpe d'olive, ainsi que des composés solubles dans l'eau tels que des polyphénols, des sucres et des sels.

### II.2. Composition physicochimique des margines :

La composition chimique des margines est assez variable, très complexe et hétérogène, elles contiennent une variété des composés organiques et minéraux (eau, phénols, glucide, matière grasses matières azotés, ...etc.) cette variation est due essentiellement aux facteurs suivants :

stade de maturation des olives , condition climatiques, variétés des oliviers , système de culture ,temps de stockage des olives avant la trituration , technique et lieu de stockage , procédé d'extraction d'huile d'olive qui représente l'élément le plus important (Aissam,2003). Le tableau suivant représente la composition chimique générale des margines.

L'eau présente la majeure partie des éléments qui constituent la marge, son taux peut atteindre 88%, la matière organique étant le deuxième élément après l'eau avec une teneur de 10,5 à 15%. Ces valeurs indiquent que les margines sont très riches en microorganismes. Ensuite la matière minérale et la matière azotée qui varient entre 1,25 et 2,4%.

La teneur en matière grasse dans les margines est généralement faible varie entre 0,03 à 1%. Cependant, une petite quantité de matières grasses peut être présente, sous forme d'émulsion avec l'eau. La teneur en polyphénols dans les margines généralement est inférieure à celle de l'huile d'olive varie entre 1,0 et 1,5% car une grande partie est extraite avec l'huile.

**Tableau I : composition chimique générale des margines (San Coucy ,1984)**

Composant	Teneur %
Eau	83-88
Matières organiques	10.5 - 15 %
Matières minérales	1.5 - 2 %
Matières azotées totales	1.25 – 2.4 %
Matières grasses	0.03 – 1 %
Polyphénols	1.0 – 1.5 %

### II.2.1. Les résidus secs

Les résidus secs des margines est extrêmement élevés et variables présentent des caractéristiques qui en font un produit approprié pour l'alimentation animales. Ces résidus sont composés de : 6 % de protéines, 1 % de lipides, 0.1 de fibres et 82% de substances non azotées (Mebirouk,2002).

### II.2.2. Fraction minérale

Les margines contiennent des quantités significatives de sels minéraux, leur teneur varie de 4 à 42 g/l pour celles issues de l'extraction par pression et 0.4 à 12.5 g/L pour celle de centrifugation (COI,2008).

**Tableau II : composés minéraux des margines issus de deux systèmes d'extraction de l'huile (COI,2008).**

Eléments (Mg. L <sup>-1</sup> )	Procédé d'extraction de l'huile	
	Pression	Centrifugation
Sodium	38 - 285	18 - 124
Potassium	1500 - 5000	630 - 2500
Magnésium	90 - 336	60 - 80
Fer	16.40 – 86.40	8.80 – 31.50
Cuivre	1.10 – 4.75	1.6 – 3.42
Zinc	1.60 – 6.50	1.42 – 4.48
Plomb	0.40 – 1.85	0.35 – 0.72

Durant la trituration des olives par le procédé de centrifugation, on ajoute de l'eau chaude, ce qui entraîne une diminution de la concentration des éléments minéraux.

Le potassium sa teneur peut atteindre 5000 mg. L<sup>-1</sup>, le sodium est le deuxième élément après le magnésium est le sodium avec une teneur de 285, et le fer 86,40 mg. L<sup>-1</sup>.

Le teneur du cuivre et de zinc sont inférieures à celle de potassium elle varie entre 4,75 et 6, 50mg.L<sup>-1</sup>. La teneur du plomb dans la margine est faible, elle varie entre 0,40 et 1,85 mg. L<sup>-1</sup>

Ces valeurs indiquent que les margines contiennent des grandes quantités de sels minéraux.

### II.2.3. Fraction organique

Les margines comportent deux fractions organiques :

Une fraction insoluble constituée essentiellement de pulpes d'olives (**Hamdi,1991**).

Une fraction soluble dans la phase aqueuse qui contient les sucres, les lipides, les composés azotés, les vitamines, les acides organiques et les composés phénoliques.

#### II.2.4. Sucres

Les glucides sont essentiellement représentés par les composants pariétaux, ils représentent environ 0,6% du poids de la pulpe fraîche selon les études menées par **(Obeid et al.,2005)**.

Les études effectuées par **Hamdi et Ellouz (1993)** ont montré que la teneur en glucides varie entre 2% et 8% de la pulpe d'olive fraîche.

#### II.2.5. Fraction azotée

La fraction azotée est principalement représentée par les protéines avec un pourcentage variant entre 1.2 et 2.4%. Presque tous les acides aminés sont présents dans les margines.

#### II.2.6. Huile

La concentration d'huile résiduelle contenue dans les margines est très variables selon le procédé d'extraction utilisé. Elle varie entre 0.02 et 1% **(Fiestas Ros Ursinos et Borja,1992)**. L'acide oléique est l'acide gras le plus abondant avec un pourcentage de 65% des gras totaux de l'huile **(Ranalli,1992)**.

#### II.2.7. Fraction phénolique

Les composés phénoliques sont très divers et leurs structures et très variable. Plus de 50 différents composés phénoliques ont été identifié dans les margines **(Obeid et al,2005 ; Dermeche et al.,2013)**.

Ils proviennent de l'hydrolyse enzymatiques des glucides et des esters de la pulpe d'olive au cours du processus d'extraction (trituration). Leur solubilisation dans l'huile est cependant bien inférieure à celle dans les eaux de végétation, ce qui explique leur concentration élevée détectée dans les margines **(Ranali, 1991)**. La teneur en composés phénoliques varie entre 2 et 6 g/l **(Fakherdine et al ;2006)** elle peut même dépasser les 9 g/l.

##### ❖ Les monomères phénoliques

Plusieurs monomères aromatiques ont été identifiés dans la margine par des techniques de chromatographie (HPLC, CPG). Ils sont représentés essentiellement par des alcools et des acides phénoliques. Le tableau III récapitule les composés phénoliques détecté dans les margines.

**Tableau III. La teneur des monomères phénoliques rencontrés dans les margines (Iakhtar,2009).**

Composés phénoliques	Teneurs	Références
Acide cafféique (mM)	0.32- 1.36	D'Anibale et al,2006 El Hajjouji et al ;2007.
Acidp-coumarique (mM)	0.19- 0.57	D'ANNIBALE et al ;2004.
Oleuroéine (Mm)	0.056	El Hajjouji et al ; 2007.
Hydroxytyrosol (mg. L <sup>-1</sup> )	37.9- 143.34	Fki et al ;2005 ; Ergul et al 2009
Acide vanillique (mg. L <sup>-1</sup> )	20	Azabou et al ; 2007.

Les margines sont riches en Hydroxytyrosol qui possède une activité antioxydante très importante recherchée dans le domaine agroalimentaire, cosmétique et pharmaceutique (D'angelo et al ;2005 ; Hamden et al ;2009).

#### ❖ Alcools phénoliques

Parmi les alcools phénoliques les plus rencontrés dans les margines nous citons :

- Hydroxylphényléthanol.
- Dihydroxyphényléthanol.
- hydroxylphényléthanol (tyrosol).
- Syringaldéhyde.

Ces alcools sont parfois liés à des glucosides comme le 4-diglucoside  $\beta$  (3,4-dihydroxyphényl) éthanol.

#### ❖ Les polymères phénoliques

- Les anthocyanes.

- Les tannins : leur structure est très complexe. Ils sont classés conventionnellement en tanins hydrolysables et tannins condensés.

#### ❖ Autres composés phénoliques

D'autres composés phénoliques monomères ont été identifiés :

- Oleuropéine.
- L-cafély- glucose.
- Apéguine.
- Lutéonile.

#### Oleuropéine

L'oleuropéine est le composé phénolique principal de l'olivier. Il est le majeur bisphénol de l'écorce de l'arbre, de la feuille de l'olivier *Olea europaea*.

Ce composé est le glucoside de l'acide élénolique estérifié par le 3,4-dihydroxyphényléthanol. L'oleuropéine disparaît lorsque les olives deviennent complètement noires. Dans la margine ce composé est présent en faible quantité par suite sa dégradation au cours de processus d'extraction de l'huile.

#### II.3. Effet biologique des phénols

Les composants phénoliques jouent un rôle important dans la santé humaine en raison de leurs activités pharmacologiques divers comme anti-inflammatoires, anti-allergiques, antimicrobiennes, antivirales, anticancéreuses, cardio-protectives (**Middelton et al ;2000 ; Ksouri et al ;2007**).

En outre, ils peuvent prévenir la modification oxydative par neutralisation des radicaux libres, piégeage de l'oxygène ou décomposition de peroxydes par l'intermédiaire de leur activités anti-oxydants (**Nijveldt et al ;2001**).

#### II.4. Caractérisation microbiologique

Dans les margines d'olive, quelques microorganismes qui se développent. Ce sont essentiellement des levures et des moisissures. Dans la plupart des cas, il y a absence des microorganismes pathogènes ils ne posent aucun problème au point de vue sanitaire. Le pouvoir antimicrobien des margines est liée essentiellement à l'action exercée par les phénols monomériques et les pigments bruns. Ces effluents agissent sur les bactéries en dénaturant les protéines cellulaires et en altérant les membranes (**Lakhtar,2009**).

Des analyses microbiologiques ont confirmé que les levures et les champignons sont capables de se développer mieux que les bactéries (El Hajjouji, 2007). Ces micro-organismes supportent la salinité élevée et le pH acide caractéristiques de ces effluents, et résistent plus que les bactéries aux substances phénoliques. Parmi les levures, on cite *Trichosporium cutaneium*, *Cryptococcus albidus* ainsi que les genres *Rhodotorula sp* *Candida sp.* et *Saccharomyces sp.* (Mouncif et al., 1993 ; EL hajjouja, 2007). La flore fongique se compose essentiellement d'*Aspergillus flavus*, *Aspergillus candidus*, *Penicillium Negri cans*, et *Alternerai sp.* La flore bactérienne regroupe les bactéries qui résistent aux polyphénols particulièrement les bactéries à Gram négatif. Le genre *Pseudomonas sp.* Ainsi que *Bacillus megaterium* ont été décrits.

### II.5. Impact des effluents d'huileries sur l'environnement

Les margines sont considérées parmi les effluents les polluants des industries agro-alimentaires, et lorsqu'elles sont déchargées dans la nature sans aucun traitement, elles causent de sérieux dégâts environnementaux.

Le rejet des margines d'olive sans traitement est un problème majeur dans les pays méditerranéen. L'absence des méthodes de traitements adaptés aux besoins des unités de trituration pousse propriétaire à rejeter ces eaux dans la nature sans aucun contrôle. Les margines sont peu dégradable à cause des substance phytotoxique et antimicrobiennes qu'elles contiennent (phénols, insecticides ...etc.) leur pouvoir polluant est représenté par deux paramètres qui sont la DBO (demande biochimique en oxygène) et la DCO (demande chimique en oxygène) dont les valeurs peuvent atteindre 200g/l et 100g/l (Balice et al ;1990). Les sérieux dégâts environnementaux qu'elles engendrent sont :

#### II.5.1. La pollution de l'air

La décharge des margines dans les bassins d'évaporation à ciel ouvert, sur les terres ou dans les eaux naturelles génère des processus de fermentation et l'émission de plusieurs gaz, notamment le méthane (CH<sub>4</sub>), le dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) et le sulfure d'hydrogène (H<sub>2</sub>S) (Niaounakis et Halvadakis,2004)

Le dégagement d'odeur désagréable liée à la formation d'hydrogène sulfureux lors de la fermentation (Yahiaoui 2012).

#### II.5.2. La pollution des eaux

Les margines sont le plus souvent rejetées dans des récepteurs naturels, sans aucun traitement préalable et nuisent fortement à la qualité de ces eaux de surface.

La coloration des eaux naturelles due aux tannins est l'un des effets les plus visible de la pollution (Kapellakis et al ; 2008)

Leur teneur en matières grasses provoque la formation d'un film imperméable, empêche la pénétration de la lumière et de l'oxygène et leur forte acidité provoque l'asphyxie de la faune et la flore (**Sifoun 2008**).

### **II.5.3. La pollution des sols**

L'épandage direct des margines sur les sols provoque un colmatage des sols et une diminution de leur qualité. Ces déchets sont à l'origine de l'augmentation de la salinité des sols (**Fiestas et Borja 1992**) et de la diminution de pH, qui pourrait être à l'origine du changement de leurs caractéristiques physico-chimique. Certaines substances toxiques des margines telle que les phénols peuvent inhiber l'activité microbienne et détruire la microflore du sol (**Yahyaoui, 2012**).

## **II.6. Différentes Valorisation des margines**

Les margines sont riches en éléments nutritifs minéraux et organiques, peuvent être valorisées de différentes manières et de les utiliser dans plusieurs secteurs.

### **II.6.1. Production de biogaz**

Les margines peuvent être utilisées pour produire de biogaz par la digestion anaérobie. Dans ce processus, les margines sont décomposées par des micro-organismes dans un environnement sans oxygène, ce qui produit du biogaz riche en méthane. L'énergie du méthane peut être utilisée sous forme thermique ou convertie en énergie électrique (**Nafzaoui,1987**).

### **II.6.2. Production de compost**

Le compostage est l'une des techniques de recyclage des margines et leur transformation en fertilisant.

Les margines peuvent être compostées pour produire un engrais organique naturel. En mélangeant les margines avec d'autres matières organiques, on favorise leur décomposition et leur transformation en un compost riche nutriments. Cet engrais peut être utilisé pour améliorer la fertilité des sols agricoles.

### **II.6.3. Utilisation des margines en alimentation animales**

Les effluents d'huileries ont été utilisés directement comme boisson pour les ruminants, cette expérience a montré qu'il y avait un léger abaissement des taux de mortalité des animaux

(Yahiaoui 2012). Ce pendant cette pratique reste un risque, en raison des taux élevées de sodium et en composés phénoliques.

#### II.6.4. Production d'enzymes

Les effluents huilerie d'olive peuvent être utilisés comme milieux pour la production des enzymes en utilisant les microorganismes, les principales enzymes produites sont :

Les pectinases : sont employées dans l'élaboration des jus des fruits.

Les laccases : Après purification cette enzymes est utilisée dans le traitement des eaux usées à cause de leur haut pouvoir de dégradation.

Les margines sont utilisées également comme milieux de culture pour la fabrication d'enzymes pectinolytiques avec la souche *Cryptococcus albidus* (Hamdi,1993).

#### II.6.5. La saponification

La valorisation de la margine par la saponification est une méthode utilisée pour transformer ce sous-produit en savon.

Un savon est un composé chimique résultant de la réaction d'un acide gras avec une base forte comme l'hydroxyde de sodium ou de potassium (NaOH ou KOH) à une température comprise entre 80 et 100°C, ils sont fabriqués par saponification à partir de graisse animales ou végétales comme l'huile d'olive. Ces graisses sont traitées par une solution alcaline pour produire des sels d'acides gras, qui sont ensuite combinés avec l'eau pour former un savon.

Quand l'alcali est l'hydroxyde de sodium, le savon est dur,

Soit : **corps gras + NaOH glycérine → Savon dur**

Quand l'alcali est de l'hydroxyde de potassium est le savon est le plus mou, pâteux est parfois liquide,

Soit : **corps gras + KOH glycérine → Savon mou.**



**Chapitre III**  
**Matériels et méthodes**

## Objectif du travail

La présente étude porte sur les traitements et la valorisation des margines. Dans ce chapitre, le matériel de travail ainsi que les différentes méthodes d'analyse sont détaillés. Cette partie expérimentale est réalisée au laboratoire de physico-chimie et au laboratoire de microbiologie de la faculté des Sciences Agronomiques et Biologiques, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou. La partie de fabrication du savon, quant à elle, est réalisée au niveau de la maison artisanale chez Ughus. L'objectif est d'évaluer les paramètres physico-chimiques et microbiologiques des margines d'une part, d'autre part de formuler un savon à partir de ces sous-produits importants.

## Partie I

La première partie du travail pratique est consacrée à l'étude des margines, leurs caractéristiques physicochimiques, leur teneur en composés bioactifs notamment les polyphénols et les flavonoïdes ainsi que l'évaluation de sa qualité microbiologique.

### III.1. Provenance des margines

Les margines utilisées proviennent d'une unité industrielle moderne de trituration d'olive par centrifugation à trois phases (huilerie Sahnoune située dans la région des Ouadhias (Tizi-ouzou) durant la campagne oléicole 2022-2023. Les échantillons ont été prélevés juste à leur sortie du séparateur puis conservés dans des bouteilles en plastiques à 4°C jusqu'à utilisation.

### III.2. Caractérisation physicochimique des margines

#### III.2.1. Teneur en eau

La teneur en eau des margines est déterminée selon le protocole décrit par **Yahiaoui, 2012**. Il s'agit de calculer la différence entre leur poids humide et sec. Un échantillon de 5 ml est séché à 105°C jusqu'à poids constant. La teneur en eau est exprimée en pourcentage suivant la formule ci-après :

$$TE = \frac{m_1 - m}{m_1 - m_0} \times 100(\%)$$

**TE** : Teneur en eau, **M** : La masse de la capsule et des margines après séchage, **M<sub>1</sub>** : La masse de la capsule et des 5 ml de margine avant séchage, **M<sub>0</sub>** : La masse de la capsule vide

### III.2.2. Matières en suspension (MES)

Les matières en suspensions sont déterminées par centrifugation d'un volume de 20 ml de margines à 7800 tours/min pendant 22 min. Le culot est transféré, ensuite, dans une capsule préalablement pesée. Le séchage est effectué à l'étuve à une température de 105°C jusqu'à un poids constant (Iboukhoulef, 2014). Les matières en suspension sont calculées comme suit :

$$\text{MES (g/l)} = (\text{M}_2 - \text{M}_1)1000/\text{V}$$

$\text{M}_1$  : la masse de la capsule et des 5 ml de margine avant séchage,  $\text{M}_2$  : la masse de la capsule et des margines après séchage à 105°C,  $\text{V}$  : volume de la prise d'essai.

### III.2.3. Détermination du potentiel hydrique

Le pH est déterminé par un pH mètre pour trois échantillons de margines filtrées. L'électrode de l'appareil est plongée dans un bécher contenant un volume de 30 ml. La valeur du pH est lue directement sur l'écran de l'appareil.

### III.2.4. Détermination de la Conductivité

La conductivité est mesurée pour deux échantillons de margines filtrées non diluées. On rince la sonde du conductimètre, ensuite on la plonge dans un bécher contenant 30 ml de margines. Puis on lit la valeur de la conductivité en prenant compte de la température de mesure. Elle est exprimée en ms/cm (Rejeseck, 2003).

## III.3. Extraction et dosage des polyphénols totaux des margines

L'extraction des polyphénols totaux à partir des margines brutes est réalisée selon la méthode d'extraction liquide-liquide qui repose sur le principe de solubilité dans les solvants organiques. Le choix du solvant dépend de la nature des composés à extraire, de leur solubilité dans le solvant et surtout de la nature de matériel végétatif (Kebbab, 2014). Les margines doivent subir un prétraitement par l'hexane pour éliminer les lipides (c'est la délipidation).

### III.3.1. Délipidation des margines

Après centrifugation des margines pendant 10 min à 3200 g, deux phases sont obtenues : une phase aqueuse et un culot (précipité). 10 ml de la partie aqueuse sont ajoutés à 20 ml d'hexane. La solution est homogénéisée à l'aide d'un vortex, pendant 4 min. Le mélange subit ensuite une agitation suivie d'une décantation pendant 10 min. Les margines délipidées sont récupérées

après séparation complète en deux phases : l'hexane (surnageant) et les margines délipidées (phase aqueuse) prêtes à une extraction liquide-liquide (**Leulmi, 2011**).

### II.3.2. Extraction des composés phénoliques

100 ml de margines délipidées sont mélangés avec 100 ml du méthanol, le mélange subit ensuite une agitation pendant 4h. Le mélange ainsi obtenu servira à la détermination des composés phénoliques totaux ainsi que les flavonoïdes. Sur ce mélange également, l'activité anti-radicalaire est testée (**Abedllah, 2017**).

#### III.3.2.1. Détermination de la teneur en composés phénoliques totaux

Le dosage des polyphénols est réalisé en utilisant la méthode décrite par **Gutginger, 1981**. En utilisant le réactif Folin Ciocalteu, composé d'un mélange d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $H_3PMO_{12}O_{40}$ ). En milieu alcalin, les composés phénoliques réduisent l'acide phosphomolybdique et l'acide phosphotungstique, ce réactif est réduit en un mélange d'oxydes bleus de tungstène ( $W_8O_{23}$ ) et de molybdène ( $MO_8O_{23}$ ). La coloration ainsi produite, dont l'absorption maximale se situe entre 725 et 750 nm, est proportionnelle à la concentration en composés phénoliques dans les margines.

500  $\mu$ l d'extrait de margines sont mélangé avec 1 ml du réactif de Folin Ciocalteu (dilué 1/10). Après 4 min, 800  $\mu$ l du carbonate de sodium ( $NaCO_3$ ) à concentration (75 /l) sont ajoutés, puis incubation du mélange obtenu pendant 15 min à température ambiante et à l'obscurité. L'absorbance est mesurée à 750 nm. La teneur des composés phénoliques est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage à différentes concentrations d'acide gallique. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent d'acide gallique par 1 g poids sec de l'extrait.

#### III.3.2.2. Dosage des flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes est déterminée par la méthode colorimétrique au trichlorure d'aluminium (**Bahorun et al., 1996**). 1ml de la solution d' $AlCl_3$  (2%) est ajouté à 1 ml d'extrait. Le mélange est mis au repos pendant 10 min à l'abri de la lumière, puis l'absorbance est mesurée à 430 nm. La concentration en flavonoïdes dans les extraits est calculée à partir de la gamme d'étalonnage de la quercétine. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalence de quercétine par gramme d'extrait.



### III.5.1. Dénombrement de la flore totale aérobie mésophile (FTAM)

Le dénombrement de la flore totale aérobie mésophile consiste à donner la charge bactérienne globale existante dans l'échantillon des margines sur les milieux PCA (Plat Count Agar), les résultats sont exprimés en nombre d'unités formant colonies (U.F.C) (**Abdellah, 2017**).

Les ensemencements sont réalisés à partir des dilutions choisies en plaçant 1 ml de chaque tube de dilution sur la surface de la gélose dans les boîtes de pétri et on ajoute ensuite le milieu gélosé. Les boîtes sont incubées à 30°C pendant 72 h (**Lamraoui, 2020**).

### III.5.2. Ensemencement par étalement sur gélose nutritive (PCA) des coliformes totaux et fécaux, des staphylocoques et des levures et moisissures

Le milieu gélosé préalablement fondu est réparti d'une manière uniforme dans des boîtes de pétri avec une hauteur d'environ 3 à 4 mm, puis laissé refroidir. Ensuite 0.1 ml de chaque dilution est prélevé à l'aide d'une pipette pasteur est déposé sur la surface de la gélose, qui est ensuite étalée de manière homogène sur tout le milieu. Après incubation pendant 24 à 48 h à une température de 30°C, les colonies qui se développent sont ensuite comptées (**Lamraoui, 2020**).

### III.5.3. Dénombrement des coliformes fécaux et totaux

Les coliformes fécaux et totaux du tube digestif de l'homme et des animaux sont des indicateurs de contamination fécale. Le dénombrement est effectué sur milieu VRBL après 48 heures d'incubation à 37°C pour les coliformes totaux et 44.5°C pour les coliformes fécaux (**Esmail et al., 2014**).

### III.5.4. Recherche des staphylocoques

Pour s'assurer de l'innocuité des échantillons de margines, le dénombrement des staphylocoques est obligatoire car ces derniers sont classés dans les groupes des pathogènes. L'évaluation de la charge bactérienne de ces germes est effectuée sur milieu de culture Chapman puis incubation à 37°C pendant 48 heures (**Esmail et al., 2014**).

### III.5.5. Dénombrement des levures et moisissures

L'évaluation de l'abondance des levures et moisissures se fait sur milieu Sabouraud puis incubation des boîtes de pétri à 25°C.

Pendant 48 heures pour les levures et 5 à 7 jours pour les moisissures (Esmail *et al.*, 2014).

## Partie II

La seconde partie du travail pratique se focalise sur la fabrication du savon à partir des margines en utilisant des proportions adéquates en constituants notamment l'huile d'olive, la soude et la margine. L'analyse de quelques paramètres physicochimiques est effectuée sur le produit obtenu (savon) dans le but de savoir si ce dernier répond aux normes.

### III.2. Préparation du savon

Avant d'entamer le procédé de fabrication du savon proprement dit, la détermination de la quantité des différents constituants (l'huile d'olive, la soude et la margine) s'avère nécessaire.

#### III.2.1. Calcul de la teneur des différents constituants

##### III.2.1.1. Huile d'olive

La quantité de l'huile est déterminée par rapport à 100 g du savon. Dans ce travail, un seul type de savon est fabriqué. Pour un pourcentage de l'huile d'olive égal à 50%, la masse de cette l'huile est 50g (100 g huile → 100%)

##### III.2.1.2. Soude

Chaque corps gras nécessite une quantité d'alcali bien définie pour être transformé en savon, cette quantité est calculée par la formule suivante :

$$\text{Quantité de la soude (g)} = \sum \text{ISi} \cdot \text{mhi}$$

**ISi** : Indice de saponification correspondant à chaque huile, **mhi** : Masse d'huile à utiliser.

##### III.2.1.2. Margine

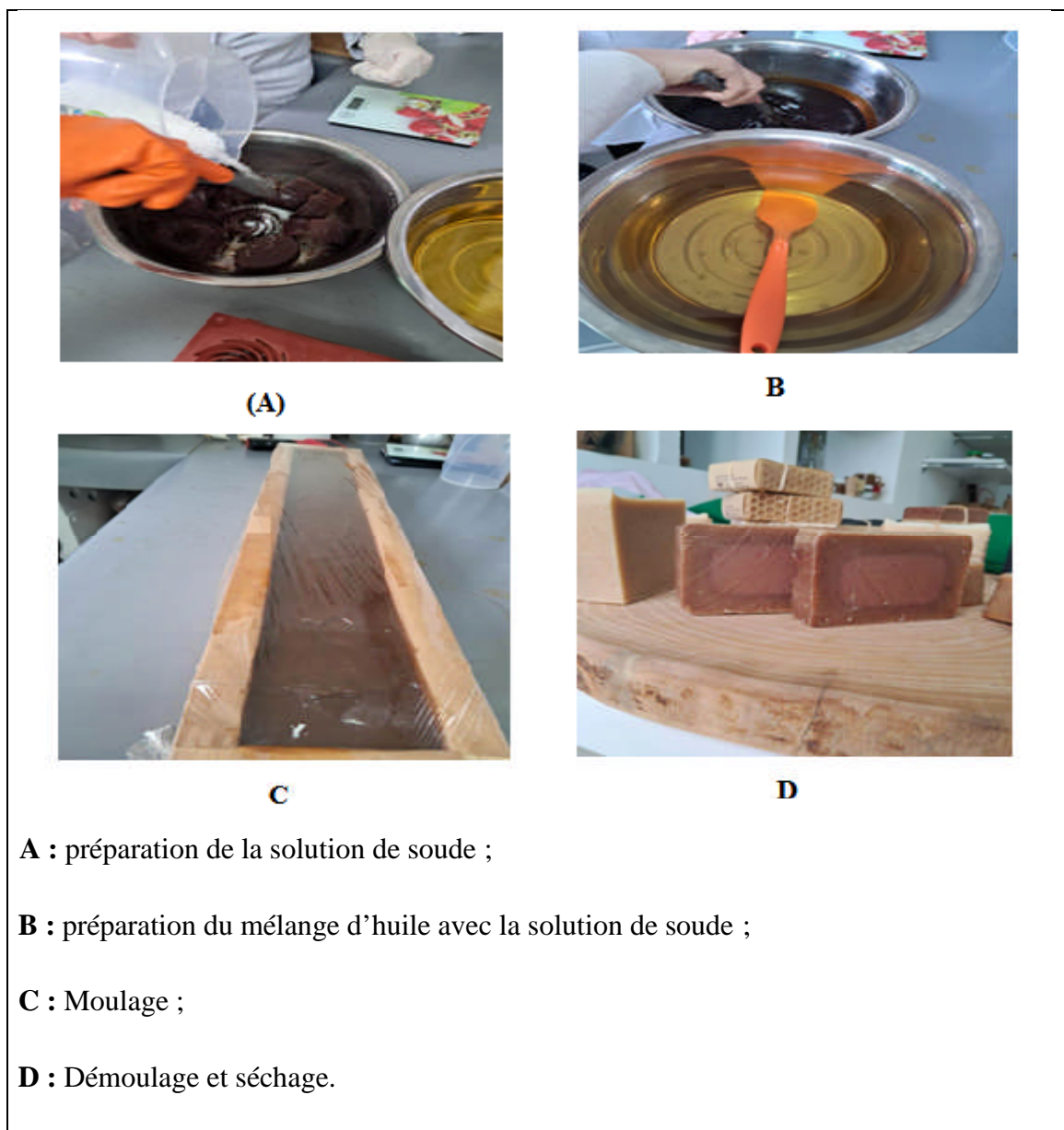
L'eau joue un rôle crucial en tant que milieu réactionnel dans la saponification. Elle agit, également, comme un solvant qui permet une réaction chimique entre un corps gras (huile, graisses) et une solution alcaline (lessive de soude).

Dans cette formulation, les margine sont utilisées comme solvant, sa quantité est calculée par la formule suivante :

$$\text{Quantité de margine} = \text{Quantité d'huile} \times \% \text{ d'eau (20\%)}$$

### III.2.2. Procédé de fabrication du savon

La fabrication du savon à partir de la margine passe par quatre étapes essentielles telles qu'elles sont illustrées dans la figure n° 07 :



**Figure n°07** : Etapes de préparation du savon.

#### III.2.2.1. Préparation de la solution de soude

Des quantités adéquates de margine et de soude sont pesées séparément. Une solution de soude est préparée par la dissolution d'une quantité d'hydroxyde de sodium dans la margine, le mélange subit, ensuite, un remuage régulier à l'aide d'une spatule jusqu'à ce qu'une pâte uniforme semi-lourde se forme appelée stade de trace de saponification (A).

*Remarque* : La margine doit être conservée au congélateur pendant 24h avant son utilisation.

#### **III.2.2.2. Préparation du mélange d'huile-solution de la soude**

Avant qu'elle soit mélangée avec la solution de soude, l'huile d'olive subit un chauffage dans le but d'avoir la même température que cette dernière. Après l'obtention de la trace de saponification, les deux solutions sont mélangées tout en continuant à remuer afin d'obtenir une pâte homogène (B).

#### **III.2.2.3. Moulage**

La pâte obtenue est versée dans un moule en bois et recouvert d'un film plastique (C). Elle est, ensuite sécher à l'air libre.

#### **III.2.2.4. Démoulage et séchage**

Le savon obtenu est laissé durcir à l'air libre à l'ombre pendant 4 semaines, ensuite, il est démoulé et coupé (D).

### **III.3. Analyse de quelques paramètres du savon**

La qualité du savon obtenue doit être déterminée à l'aide de différents indicateurs. Dans cette étude, les critères analysés sont les suivants :

#### **III.3.1. pH :**

C'est un critère important dans la fabrication du savon. Le pH de savon dépend de son utilisation (visage, corps, peau de bébé, vaisselle, ...), le savon le plus recommandé est le savon qui possède un pH neutre. La détermination du pH est faite après 30min de repos de la pâte (**Ajmia Chouchene, 2019**) ;

#### **III.3.2. Dureté :**

La dureté du savon est un critère très important car elle affecte sa durée de vie. Une dureté satisfaisante correspond à un indice de dureté de 29 à 54g

**III.3.3. Pouvoir nettoyant :**

Ce critère décrit l'efficacité du savon dans la capture de l'huile et a donc la capacité de nettoyer. Cependant, les savons ont le pouvoir de nettoyer excessif peuvent absorber la graisse des surfaces sales ;

**III.3.4. Douceur :**

La douceur détermine la capacité hydratante du savon. Les émoullients - ou hydratants - restent sur la peau et l'aident à retenir l'humidité. Un émoullient apaise la peau et la rend douce. La plage recommandée est de 44 à 69g

**III.3.5. Pouvoir moussant :**

Ce critère décrit la quantité de mousse ou de bulles que le savon produira. Les savons ayant un fort pouvoir moussant produiront des bulles de mousse plus grandes, contrairement à ceux à faible pouvoir moussant. La plage recommandée est de 14 à 46g (Ajmia, 2019).



# **Chapitre IV**

## **Résultats et discussions**

### IV.1 Caractérisation physicochimique des margines

On a constaté que les margines présentent une coloration brune à brune-rougeâtre, qui devient de plus en plus sombre au cours de leur stockage, avec un aspect trouble et une odeur forte qui rappelle celle de l'huile d'olive. Le tableau n°4 représente le résultat de la caractérisation physicochimique des margines étudiées.

**Tableau IV** : Caractérisation physicochimique des margines étudiées.

Paramètres	Valeurs
Teneur en eau	93 %
Matières en suspension	65%
pH	5.2
Conductivité	12.7 ms/cm
Polyphénols	40.27 mg /g
Flavonoïdes	7.43 mg/g

#### IV.1.1. Teneur en eau

Le taux d'humidité des margines est élevée (93%), ceci peut s'expliquer par l'eau qui existe habituellement dans les olives et aussi par l'eau ajoutée au cours de processus d'extraction de l'huile d'olive (**Procida et Cecon, 2006**).

#### IV.1.2. Matières en suspension (MES)

Les margines étudiées dans ce travail sont très peu chargées en matières en suspensions. D'après les résultats la teneur en matières non dissoutes dans les margines est de l'ordre de 0.32 g/l, ceci est due principalement, aux particules non retenues au cours de l'étape de séparation liquide-solide de l'huile d'olive. Ces matières en suspension sont responsables de la turbidité et de l'envasement du milieu récepteur et s'opposent à la pénétration de la lumière (**Sifoun, 2008**). Notre résultat est inférieur à celui obtenu par **Esmail et al., 2014** qui ont trouvé les valeurs de 0.57, 0.51 et 0.61 g/l. Cette différence peut s'expliquer par l'origine des margines ainsi que la méthode utilisée dans le procédé de trituration des olives.

En effet, les échantillons utilisés dans ce travail sont prélevés juste à leur sortie du séparateur et transportés dans un flacon de 5 litres puis ont été conservés à l'abri de la lumière à 4°C puis

les échantillons sont décantés. Il faut noter que la teneur en matières en suspension des margines baissent sous l'effet de la décantation (Aissam, 2003).

#### IV.1.3. Le potentiel hydrique

La mesure du pH effectuée pour les margines préalablement filtrées enregistre des valeurs qui se trouvent dans l'intervalle (5.2 et 5.5). Les margines sont donc des effluents acides, en raison de la présence des acides organiques (acides phénoliques, acides gras ...). En plus l'acidité des margines augmente avec la durée de leur stockage. Ceci est expliqué par des réactions d'auto-oxydation et de polymérisation qui transforment les alcools phénoliques en acides phénoliques (Hamdi, 1991).

#### IV.1.4. Conductivité électrique

La conductivité électrique est étroitement liée à la concentration des substances dissoutes et à leur nature. Dans le cas de notre échantillon des margines, les valeurs de cette conductivité varient entre 12.6 et 13 ms.cm<sup>-1</sup>. Par contre ces résultats sont inférieurs à ceux obtenus par Esmail *et al.*, 2014 qui sont de 17.40, 18.70 et 19.09 ms.cm<sup>-1</sup>. Cette différence est en est dû aux richesses des naturelle des margines en sels minéraux dissous Esmail *et al.*, 2014.

#### IV.1.5. La teneur en polyphénols

La teneur en polyphénols totaux contenus dans les margines est calculée à partir de la courbe d'étalonnage d'acide gallique à différentes concentrations (Figure n°08).

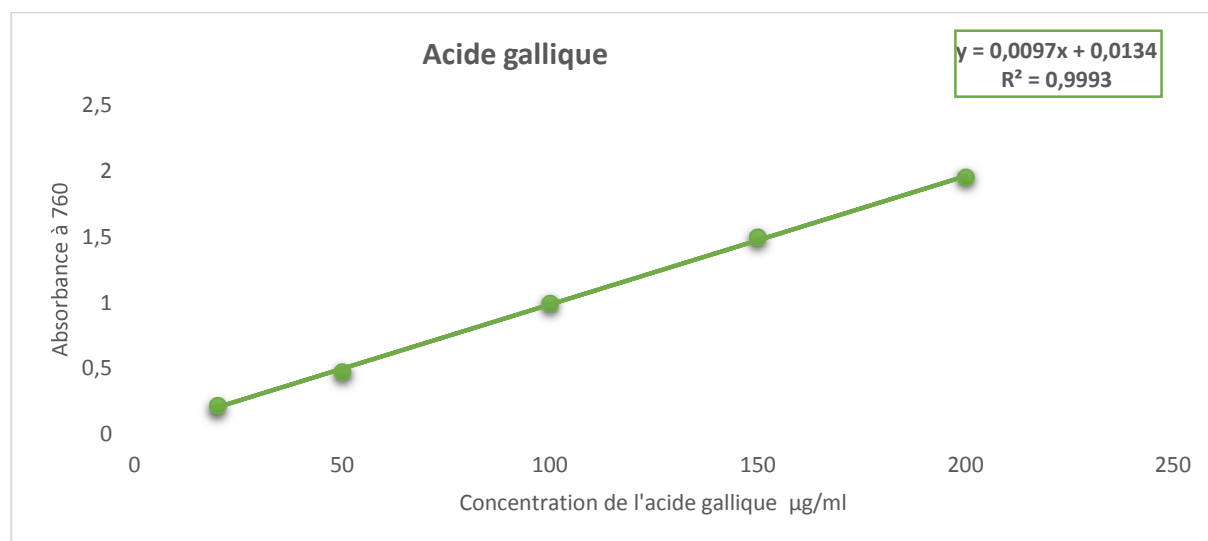


Figure n°08 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau V suivant :

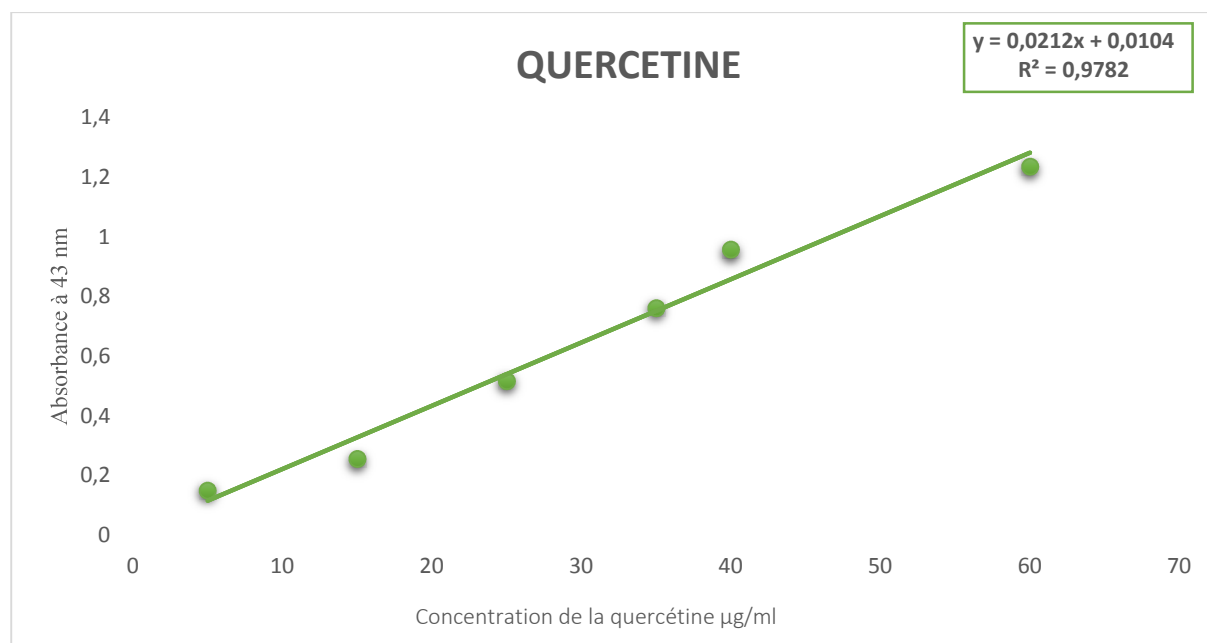
Matériel végétal	Teneur en polyphénols (mg GAE /g d'extrait)
Margine	40.27 mg /g

Les polyphénols des margines varient sous l'influence de divers facteurs parmi lesquels la variété de l'olive, le climat, la température et le solvant d'extraction, et le degré de maturation des olives (les olives verts possèdent plus de polyphénols que les olives noires). L'extrait des margines présente une teneur d'ordre de 40.27 mg EAG/g d'extrait. Cette valeur est supérieure à celle obtenu par **Senani et Moulti-Mati (2012)** qui est 2.61 mg EAG/g qui ont utilisé l'acétate d'éthyle comme solvant d'extraction.

A l'issu de ces résultats, et de point de vue quantitatif, les polyphénols des margines constitue une source prometteuse en composés bioactifs bénéfiques pour la santé humaine.

#### IV.1.6. La teneur en flavonoïdes

La teneur des flavonoïdes contenus dans les margines a été synthétisée à partir de la courbe d'étalonnage de la quercétine à différentes concentration (Figure n°09).



**Figure n°09 :** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

La mesure de la densité optique a été effectuée à la longueur d'onde de 430 nm. La teneur en flavonoïdes pour notre extrait a été calculée à l'aide de la courbe d'étalonnage.

Le résultat obtenu montre que les margines étudiées dans ce travail contiennent une valeur de 7.43 mg/g qui est largement supérieure de celle obtenu par **Senani (2010)**.

#### IV.1.7. Evaluation de l'activité anti-radicalaire des margines par le test au DPPH

Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH par les margines est de l'ordre de 80.31%.



**Figure n°10** : Résultat du DPPH sur l'extrait des margines

Cette activité est proportionnelle au taux des composés phénoliques ce qui pourrait être expliqué par le rôle direct de ces derniers dans le pouvoir antioxydant et l'activité inhibitrice des radicaux libres (**Bendjamaa et Krabsi, 2019**). Les valeurs obtenues par **Pérez-Bonilla et al., (2006)** sont de l'ordre de 76,7 %, 20,4%, 3,7%.

#### IV.2 Caractérisation microbiologique des margines

Dans cette étude, le dénombrement des microorganismes des margines est réalisé pour établir le lien entre la présence et l'absence des microorganismes et l'effet des composés phénoliques sur la charge microbienne de ces effluents. Les résultats du dénombrement des germes sont présentés dans le tableau VI.

**Tableau IV** : Caractérisation microbiologique des margines

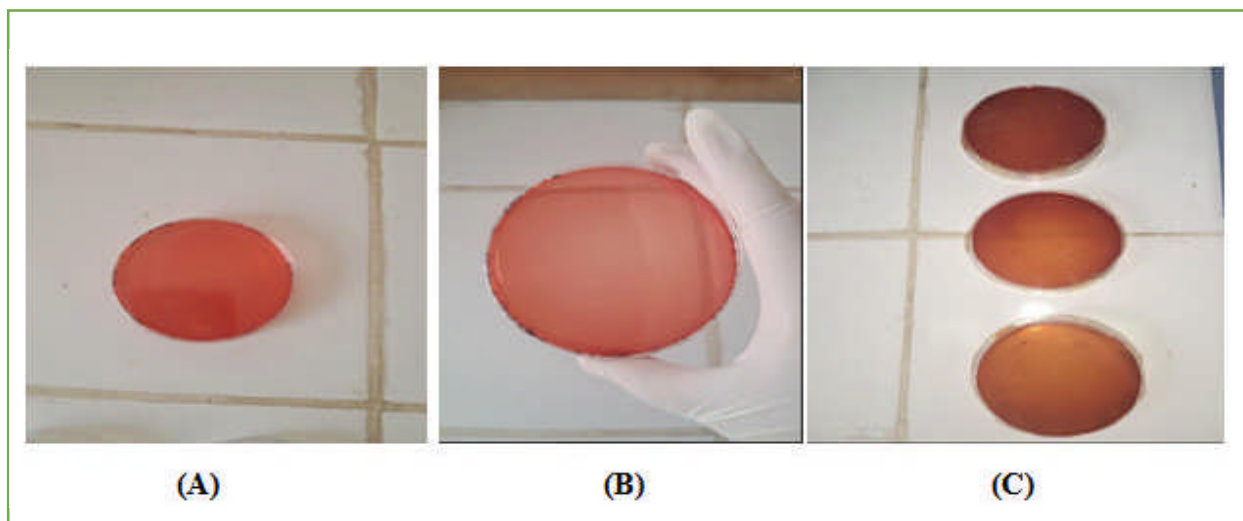
Germe	Résultats
Coliformes totaux	Absence
Coliformes fécaux	Absence
Staphylococcus aureus	Absence

Levures	Absence
Moisissures	Absence

#### IV. 2.1 Coliformes totaux et fécaux, staphylococcus aureus

Les coliformes totaux et fécaux, staphylococcus aureus sont considérés comme indicateurs de contamination fécale. Par conséquent, leur présence dans les margines les impropres à une telle utilisation.

Les résultats obtenus dans ce travail montrent l'absence totale de ces germes (Figure n°11). Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par **Mouncif *et al.*, (1993)** et **Aissam (2003)**. Ceci est dû à leur sensibilité aux faibles valeurs de pH, ainsi qu'à l'action antimicrobienne. Les polyphénols exercent une activité antibactérienne par interaction avec la membrane cellulaire qui induit un changement morphologique de la bactérie, en inhibant l'activité des protéases, des protéines de transport et des adhésions (**Cowan, 1999**).



**Figure n° 11:** Résultats du développement des bactéries dans les margines

**A :** Coliformes totaux, **B :** staphylococcus aureus, **C :** Coliformes fécaux

#### IV.2.2. Levures et moisissures

En ce qui concerne les levures et moisissures les résultats de notre étude ont montré absence totale de ces germes (Figure n°11), le facteur de leur absence est probablement lié à la présence des composés phénoliques ainsi qu'à l'action antimicrobienne. Les résultats d'une étude effectuée par **Senani (2010)** ont montré que les polyphénols des margines exercent une activité antifongique puissante vis-à-vis de ces des souches de moisissures (*Aspergillus flavus* et

parasiticus). Ainsi qu'une action inhibitrice totale sur la production des aflatoxines aux concentrations 1% et 2,5 %.



**Figure n°12:** Résultats du développement des levures et moisissures sur les margines.

#### **IV.2.3. Effet des caractéristiques physicochimiques et de l'activité antibactérienne des margines**

La charge microbienne est évaluée par le dénombrement de la flore mésophile aérobie totale (FMAT). Elle est nulle et ceci est lié aux caractéristiques physicochimiques des margines qui inhibent la croissance des microorganismes notamment la présence des substances antimicrobiennes tels que les polyphénols, tanins et les acides gras. Ces caractéristiques jouent un rôle important dans le processus de traitement biologique des margines, la richesse de leurs répercussions sur la croissance et le développement des microorganismes, ainsi que leurs capacités de traitement (Abedllah, 2017).

#### **IV.3. Mesure du pH du savon**

La valeur de pH obtenue est neutre, conforme à la norme des savons qui est fixée dans un intervalle de 7 à 10.

Le pH (ou Potentiel Hydrogène) est la base de mesure de l'acidité d'un produit en se basant sur une échelle allant de 0 à 14. Ces deux extrêmes vont déterminer où se situe le pH du produit : acide → de 0 à 6 ou basique (nommé aussi alcalin) de 8 à 14. Au centre, on retrouve le pH neutre → égal à 7.

Concernant le pH de notre peau, il est situé naturellement entre 5,5 et 7. Cette acidité provient du film hydrolipidique qui recouvre notre peau et qui lui assure une barrière naturelle.



## **Conclusion générale**

## Conclusion générale

---

Les déchets liquides des huileries d'olive représentent un challenge environnemental important dans les régions méditerranéennes où ils sont générés en grandes quantités sur de courtes périodes de temps.

Notre étude a montré que les margines issues pourraient être utilisées dans la saponification. En effet, cette valorisation des margines nous permet d'une part, de réduire les impacts négatifs environnementaux causés par ces effluents. D'autre part, de produire des savons naturels ayant des caractéristiques bénéfiques et répondant aux normes recommandées dans le domaine de saponification et du cosmétique en raison de leur richesse en composés d'intérêt tels que les composés phénoliques, les flavonoïdes.

Les perspectives sont nombreuses étant donné les enjeux de la valorisation de cette « matière secondaire » des industries oléicoles dans le cadre d'une approche zéro rejet liquide et déchets qui promeut le concept d'économie circulaire et la fabrication du savon naturel à partir de ce sous-produit précieux. Ces perspectives intéressantes peuvent être utiles de point de vue économique, environnementale et surtout dans le domaine cosmétologie.

La valorisation des margines et la fabrication du savon à partir de margines offrent donc des opportunités de développement économique durable, en minimisant les déchets et en utilisant des ressources naturelles. Cependant, il est important de prendre en compte les aspects de réglementation et de sécurité lors de la manipulation et de l'utilisation des margines, ainsi que de s'assurer de la viabilité économique de ces activités.

En ce qui concerne la fabrication du savon, les margines peuvent être utilisées pour produire du savon naturel. Les margines contiennent des polyphénols et des acides gras qui peuvent être utilisés comme base pour la fabrication du savon. Utiliser des margines comme matière première permet de réduire les coûts de production et d'utiliser des ressources renouvelables au lieu de dépendre de sources non durables.

La fabrication du savon à partir de margines présente plusieurs avantages par rapport aux autres méthodes traditionnelles : Facilité de manipulation, Stabilité, polyvalence et durabilité environnementale.

La fabrication du savon présente ses propres avantages et inconvénients. Il est conseillé de choisir la méthode qui convient le mieux aux besoins et aux préférences personnelles.

## **Conclusion générale**

---

Enfin, et en guise de perspective, il s'avère intéressant de compléter ce travail par la réalisation des analyses afin d'évaluer la qualité du savon produit :

1. Test de pH
2. Tests microbiologiques.
3. Tests de stabilité.
4. Test d'hydratation.
5. Tests de performance.



# **Références Bibliographiques**

## Références bibliographiques

---

### Références bibliographiques

- **Abdellah F. (2017).** Valorisation thérapeutique des margines d'olive. Les margines sources naturelles des molécules bioactif. Édition presses académique Francophone.
- **Aissam H. (1974).** Etude de biodégradations des effluents des huileries (margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannase. Thèse de Doctorat en écologie microbienne . Université de Frères Mentouri Constantin.
- **Ajmia Ch. (2019).** Etude expérimentale et théorique de procédés de valorisation de sous-produits oléicoles par voies thermique et physico-chimique. Thèse de Doctorat en génie énergétique-génie des procédés. Université de hautes Alsas.
- **Alburqueurque JA, Gonzalvez J, Garcia D, Cegarra J. (2004).** Agrochemical caractérisation of Alperujo. A solide by-product of thé two-phase centrifugation méthode for olive oil extraction. Journal Bioresour technology. 91 :195-200.
- **Alloum D. (1974).** L'oléiculture algérienne. Journal Option Méditerranéennes. 24 : 45-48.
- **Bahorun T, Gressier B, Trotin F, Brunet C, Dine T, Luyckx M, Vasseur J, Cazin M, Cazin JC, Pinkas M. (1996).** Oxygen species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations. Journal Arzneimittelforschung. 46 : 1086-1090.
- **Balice V, Carrieri C, Cera O. (1990).** Caracterostiche delle acque divergetezone. Rivista Italiana sostanze. Journal of water science 67 : 9-12.
- **Bekkar Kh. (2019).** Application de la spectroscopie IRTF à l'étude des huiles alimentaires. Thèse de Doctorat en Chimie physique et modélisation. Université 8 Mai 1945 Guelma.
- **Bendjamaa I, Krabsi MEA. (2019).** Contribution de l'activité antioxydante, antimicrobienne et anti-enzymatique des extraits foliaires de l'espèce : Eucalyptus globulus Labill. Mémoire de Magister en Biologie et physiologie végétale. Université des Frères Mentouri Constantine.
- **Benhayoun G, Lazzeri, Y. (2007).** L'olivier en Méditerranée, du symbole à l'économie. Harmattan, Paris, France.
- **Bianchi G. (1999).** Systèmes d'extraction et huile d'olive. OCL. Oléagineux, corps gras, lipide. Journal of Food Chemistry. 6: 49-55
- **Bilka PS, Stamatelatou K, Kornaros M, Lyberato G. (2009).** Anaerobic digestion of olive mill wastewater. Global Nest Journal.11 : 364-372

## Références bibliographiques

---

- **Conseil Oléicole International. (2008).** International course on water management and irrigation of olive orchards. Limassol-Cyprus.
- **Conseil oléicole international. (2015).** Pays principaux producteurs de l'huile d'olive. <http://researchgate.net> consulté 29 mars.
- **Conseil oléicole international. (2020).** Statistiques : Production mondiale de l'huile d'olive. <https://www.planetoscope.com> consulté 8 avril.
- **Cowan MM. (1999).** Plant product as antimicrobial agents. *Clinical Microbiology Reviews*. 12 : 564-582.
- **D'Annibale A, Casa R, Pieruccetti F, Ricci M, Marabottini R. (2004).** Lentinulaeodes removes phenols from olive-mill wastewater : impact on durum wheat (*Triticum durum* Desf.) germinability. *Journal Chemosphere*.54 :887-894.
- **Dudonne S, Vitrac X, Coutière P, Woitiez M, Merillon JM. (2009).** Comparative study of antioxidant properties and total phenolic content of 30 plant extracts of Industrial Interest Using DPPH, FRAP,SOD, and ORAC Assays. *Journal agricol Chemical*. 57 : 1768-1774.
- **Dieng SIM, Falla D, Diatta-Badji K, Sarr A, Sene M, Sene M, Bassene E. (2017).** Evaluation de l'activité antioxydante des extraits hydro-ethanoliques des feuilles et écorces de *Piliostigma thonningii* Schumach. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*.11 : 768-776.
- **DSASI (2018).** Direction des statistiques agricoles et des systèmes d'information. Ministère de l'Agriculture, de Développement Rural et de la Pêche. Série B.
- **El-Abbassi A, Kiai H, Hafidi A. (2012).** Phenolic profile and antioxidant activities of olive mill. *Journal Food Chemical*. 132: 406-412.
- **El Abdoun A, Haboubi Kh, El Youbi M. (2020).** Valorisation des margines produites dans la province d'Al-Hoceima (Nord du Maroc) dans la fabrication des bio-savons artisanaux. *International journal of innovation and scientificité research*. 49: 256-265.
- **El Hajjouji H, Fakhradine N, Baddi GA, Winterton P, Bailly J.R,Revel JC, Hafidi M. (2007).**Treatment of olive mill waste water by aerobic biodégradation : an analytical study using gel permeation chromatography, ultraviolet-visible. *Journal Bioresource Technology*. 98 :3513-3520.
- **Esmail A, Abed H, Firdaous M, ChahbounN, Mennane Z, BernyEh, Ouhsine M. (2014).** Etude physico-chimiques et microbiologiques des margines de trois régions du

## Références bibliographiques

---

- Maroc (Ouazzane, Fés Boulman et Béni Mellal). Journal of Materials and Environmental Science.
- **Fakherdine N, El Hajjouji H, Ait Baddi G, Revel J.C, Hafidi (2006).** Chemical and spectroscopic analysis of organic matter transformation during aerobic digestion of olive mill waste-waters. Journal of Process Biochemistry, 41 :398-404.
  - **FAO.(2016).** La production mondiale de l'huile d'olive <https://www.researchgate.net> consulté le 23 mars.
  - **Fiesta Ros de Ursions JA, et Borja R. (1992).** Use and treatment of olive mill waste water : current situation and prospects in Spain Grasas Aceites. Journal CSIC.2 :101-106.
  - **Gharby S, Harhar H, Bouzoubaa Z, Roudani A, Chafchaoui I, Kartah B, Charrouf Z. (2014).** Effect of Polyphenols extracts from margins on the stability of sunflower oil. Journal of Material Environmental Science. 5 : 465-469.
  - **Ghezlaoui M.(2011)** . Influence de la variété, Nature du sol et les conditions climatiques Sur la qualité des huiles d'olives des variétés Chemlal, Sigoise et d'Oléastre dans la Wilaya de Tlemcen. Mémoire de Magister en Science agronomie. Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen.
  - **Guissois M. (2019).** La filière oléicole en petite Kabylie : quelles innovations pour un développement durable. Thèse de Doctorat en science agronomiques. Université Farhat Abbas.
  - **Gutfinger T. (1981).** Polyphénols in olive oils. Journal of the American Oil Chemists Society. 58 : 966-968.
  - **Hadjou L., Lamani O. Cheriet F. (2013).** Labellisation des huiles d'olive algériennes: contraintes et opportunités du processus. Journal New méditerranéennes. 12 : 35-46.
  - **Hamden K, Allouche N, Damak M, Elfeki A (2009).** Hypoglycemic and antioxidant effects of phenolic extracts and purified hydroxytyrosol from olive mill waste in vitro and in rats. Journal Clinics in Office Practice : 42 : 451-464
  - **Hamdi M. (1991).** Nouvelle conception d'un procédé de dépollution biologique des margines, effluents liquides de l'extraction de l'olive. Thèse de doctorat, Biologie cellulaire et microbiologique. Université de Provence. Marseille, France.
  - **Hamdi M. (1993).** Valorisation et épuration des effluents des huileries d'olive. L'utilité de la microbiologie industrielle. Journal Olivae :46 : 20-24.

## Références bibliographiques

---

- **Hamdi M, Ellouz P. (1993).** Treatment of detoxified olive mill wastewater by anaerobic fluidized bed process. *Journal Environmental Technology* .14 :183-188.
- **Hamlat M. (2022).** Étude morphométrique de l'olivier (*Olea europaea ssp. europaea L.*) et valorisation des sous-produits oléicoles en Algérie. Thèse de Doctorat en Science agronomique. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- **Henry S. (2003).** L'huile d'olive : son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétiques. Thèse de Doctorat en Science pharmaceutique. Université de Lorraine.
- **Iboukhoufel H. (2014).** Traitement des margines des huileries d'olive par le procédé d'oxydation avancée basés sur le système Fenton-like (H<sub>2</sub>O/Cu). Thèse de Doctorat en Chimie des matériaux. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.
- **Iddir A. (2020).** Etude comparative du comportement des huiles d'olive durant leur stockage. Influence du climat, l'altitude et la date de récolte. Thèse de Doctorat en Technologie agro-alimentaire. Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem.
- **Kavallari A, Maas S , Schmitz M. (2011).** Examining the determinant of olive oil demand in non-producing countries evidence from Germany and the UK. *Journal of Food Products Marketing*. 17 : 335- 372.
- **Kebbab R. (2014).** Etude du pouvoir antioxydant des polyphénols issus des margines d'olive de la variété chamlal : Evaluation de l'activité avant et après déglycosylation. Mémoire de Magister en Biochimie appliquée et Bio-industriel. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.
- **Labdaoui D. (2017).** Impact socio-économique et environnemental du modèle d'extraction des huiles d'olives à deux phases et possibilités de sa diffusion dans la région de Bouira (Algérie). Thèse de Doctorat en Technologie agro-alimentaire. Université Abdelhamid Ibn Badis, Mostaganem.
- **Lakhtar H. (2009).** Culture du *Lentinula edodes* (Berk). Pegler sur résidus oléicole en fermentation en milieu solide : Transformation des polyphénols des margines. Thèse de doctorat. Biochimie , Université Paul Cézanne, Marseille
- **Lamani O, Ilbert H. (2016).** La segmentation du marché oléicole. Quelles politiques de régulation du marché d'huile d'olive en Algérie ?. *Journal new méditerranéennes*. 15 : 19-28.
- **Leulmi N. (2011).** La valorisation nutritionnelle des margines et de leur impact sur la réduction de la méthanogène ruminale chez l'ovin. Mémoire de Magister en Biotechnologie microbienne. Université Mouloud Mammeri Tizi-ouzou.

## Références bibliographiques

---

- **Mebirouk M. (2002).** Rejets des huileries, développement d'un procédé intégré pour la biodégradation des polyphénols dans la margine. CMPP NEWS, n°11.
- **Mendil M, Sebai A. (2006).** Catalogue Algérien des variétés de l'olivier : aperçu sur le patrimoine génétique autochtone. Institut technique de l'arboriculture fruitière et de la vigne. 29-87.
- **Messineo L, Allegra M, Seta L. (2019).** Self-reported motivation for choosing nursing studies : a self-determination theory perspective. Journal of BMC medical education. 192 : 1568-1570.
- **Middleton E, Kandaswami C, Theoharides T. (2000)** The effects of plants flavonoids on mammalian cells: Implication for inflammation, heart disease, and cancer. Journal pharmacological reviews. 52 : 673-751.
- **Mizi A. (2006).** Traitement des eaux de rejet d'une raffinerie région de Bejaia et valorisation de déchets oléicoles. Thèse de Doctorat en Chimie et environnement. Université Badji Mokhtar Annaba.
- **Monpellier C. (2019).** L'huile d'olive : intérêts alimentaire et cosmétique. Thèse de Doctorat en Science pharmaceutique. Université Aix Marseille, 2019.
- **Mouncif M, Tamouh S, Faid M, Achkari-Begdouri A. (1993).** A study of chemical and microbiological characteristics of olive mill waste water in Morocco. Journal Grasas y Acietes. 44 : 335-338.M
- **Nafzaoui A. (1987).** Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits. Séminaire sur l'économie de l'olivier. Tunisie. 18 : 153-173.
- **Nafzaoui A. (1991).** Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits. Journal options méditerranéennes. 10 : 153-173.
- **Obeid H, Allen M, Bedgood D, Prenzler P, Robards K, Stockman R. (2005).** Bioactivity and analysis of polyphenols recovered from olive mill waste. Journal of agricultural Food Chemistry. 53 : 823-837
- **Pérez-Bonilla M, Salido S, van Beek TA, Linares-Palomino PJ, Altarejos J, Noguera M, Sánchez A. (2006).** Isolation and identification of radical scavengers in olive tree (*Olea europaea*) guided by on line HPLC- DAD- radical scavenging detection. Journal food chemistry. 124 : 36-41
- **Procéda G, Cecon L. (2006).** Gas chromatographic determination of free fatty acids in olive mill western waters. Journal Analytica Chimica Acta. 561: 103-106.

## Références bibliographiques

---

- **Ramadan MF. (2010).** Rapid antiradical method for screening deep fried oils . Journal of Consumer Protection and Food Safety. Journal Fur agricol Food Chemistry. 53 : 823-837.
- **Ranalli A. (1991).** L'effluent des huileries d'olive : propositions en vue de son utilisation et de son épuration. Références aux normes italiennes en la matière. Journal Sciences et Techniques.37 :30-39.
- **Rejeseck F. (2002).** Analyse des eaux : aspects réglementation et technique. Sciences et technique de l'environnement. Édition scérén Paris.
- **Robert J Nijveldt, Els van Nood, Danny EC van Hoorn, Petra G Boelens, Klaske van Norren, Paul AM van Leeuwen. (2001).** Titre The American Journal of Clinical Nutrition. 74 : 418–425.
- **Roig A, Cayuela ML, Sánchez-Monedreo MA. (2006).** An overview on olive mill wastes and their valorisation méthode. Journal Material science and applications. 12 : 960-969.
- **Saf Ch. (2020).** Valorisation des effluents liquides de l'industrie oléicole pour une oléiculture durable et respectueuse de l'environnement. Thèse de Doctorat en Génie des procédés (EDSC)/Biotechnologie et génie de l'environnement (CED). Université Caddi Ayyad Maroc.
- **Selaimia R. (2018).** Etude de l'huile d'olive d'Algérie. Thèse de Doctorat en Chimie industrielle. Université 8 Mai 1945 Guelma.
- **Sennani N. (2010).** Etude du pouvoir antifongique (inhibition de croissance et de production d'aflatoxines) des composés et extraits polyphénoliques issus des olives et sous produits de l'olivier (feuilles et margines) variété chamlal sur deux souches *Aspergillus flavus* et *Aspergillus parasiticus*. Mémoire de Magister en Biochimie appliquée et biotechnologie. Université de Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.
- **Sennani N, Moulti Malti F. (2012).** Etude du pouvoir antifongique des extraits phénoliques issus des margines de la variété chamlal (*Oleauropea*) sur deux *Aspergillus flavus* et *Aspergillus parasiticus*. Journal méditerranéen plants national. 8 : 44-48.
- **Serra L. (2009).** De l'huile d'olive surface conditionnée dans des bouteilles en verre. Etude de la cargaison d'une épave coulée le 12 novembre 1839, au large des Aresquiers. Revue d'études Héraultaises. 67-74.

## Références bibliographiques

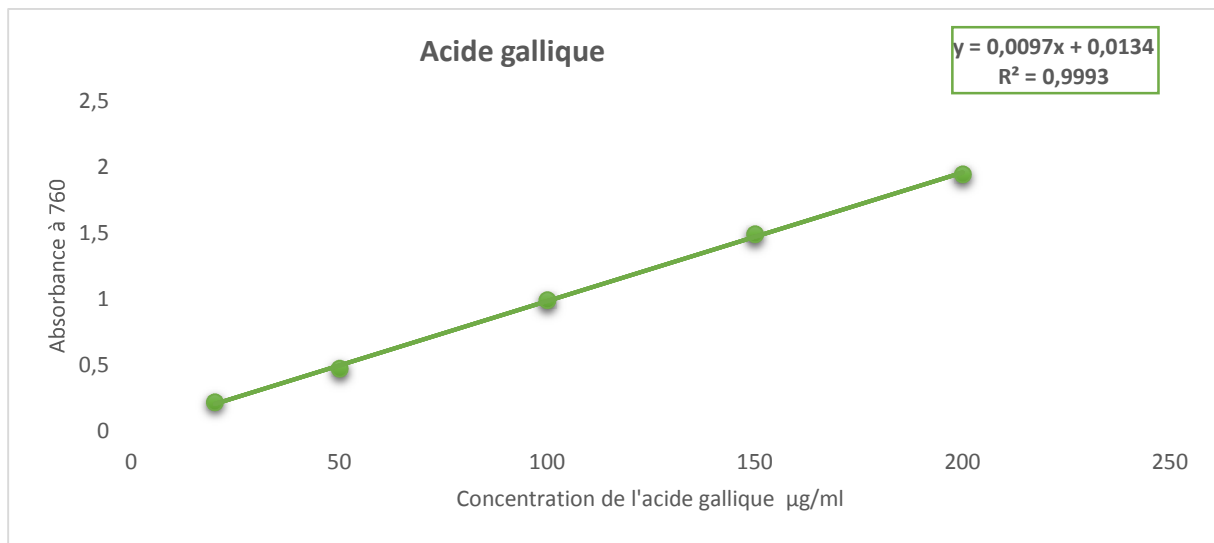
---

- **Sifoun N. (2008).** Traitement des effluents des huileries d'olive par oxydation au H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Thèse de Doctorat. Ecologie et environnement Université M'hamed Bougara Boumerdes.
- **Sounni F. (2021).** Valorisation des margines comme source d'énergie renouvelable et des molécules à haute valeur ajoutée. Thèse de Doctorat en Biochimie et biotechnologie. Université Sidi Mohamed Ben Abdellah de FES.
- **Tissot P. (1937).** L'Olivier dans le bassin méditerranéen. Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliqué. 25 : 586-610.
- **Veillet S. (2010).** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre tradition et innovation. Thèse de Doctorat en Chimie. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse.
- **Yahiaoui N. (2012).** Etude de l'absorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, Hydroxyapatite et charbon actif. Mémoire de Magister en Chimie de l'environnement. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- **Zenjari B, El Hajjouji H, Ait Baddi G, Bailly JR, Revel JC, Nejmeddine A, Hafidi M. (2006).** Eliminating toxic compounds by composting olive millwastewater-straw mixtures. Journal of Hazardous Materials.138 :433-437.

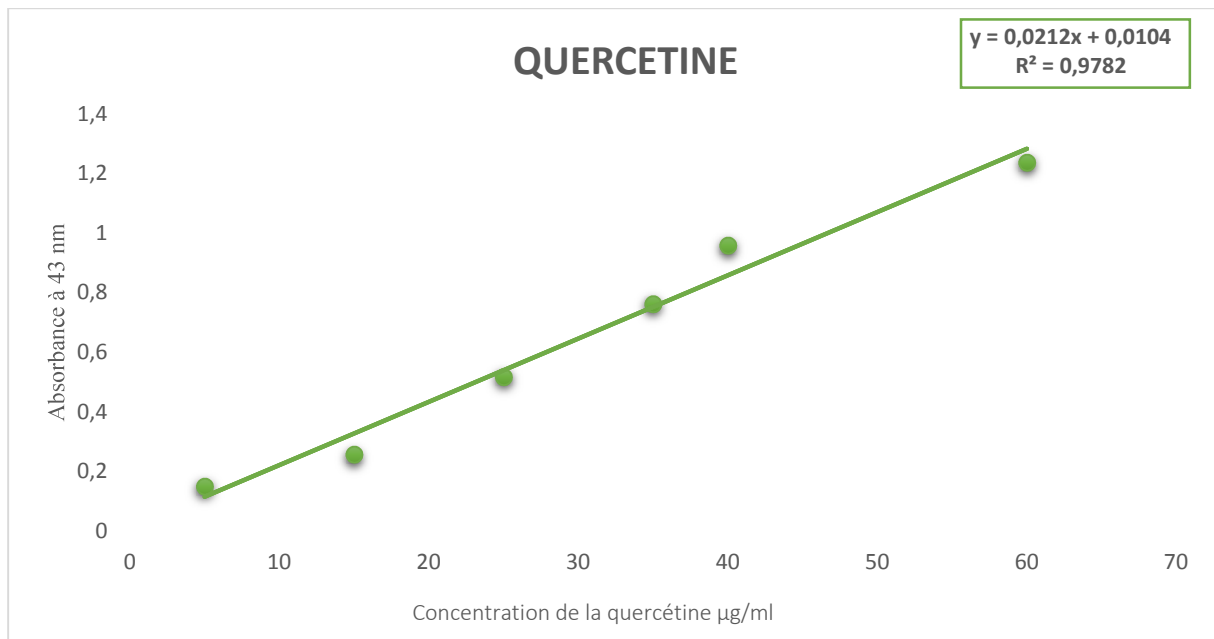


## **Annexes**

## Annexes 01 : Courbe d'étalonnage acide gallique



## Annexes 02 : Coubes d'étalonnage de quercétine



## Résumé

La production de l'huile d'olive génère des sous-produits oléicoles : les grignons d'olive (déchets solides) et les margines (déchets liquides). Ces dernières présentent une source de pollution pour l'environnement, elles sont très nocives pour la qualité de l'eau, du sol et même de l'air. Ce qui nécessite de les traiter et/ou de les valoriser. Ce travail a pour objectif de valoriser ces effluents liquides dans le domaine de fabrication de savon.

L'objectif de cette étude est l'évaluation de paramètres physico-chimiques et microbiologique. D'autre part, de produire un savon ayant des caractéristiques bénéfiques en raison de leur richesse en composés d'intérêt tels que les composés phénoliques, les tannins. Les résultats obtenus montrent que les margines étudiées sont acides (pH 5,1), contiennent une teneur en polyphénols de 40,2mg/g et le pouvoir antioxydant a été de l'ordre de 80,31 %. Cette étude a montré le lien de l'absence des microorganismes et l'effet antimicrobien des composés phénoliques sur la charge microbienne de ces effluents.

En ce qui concerne la fabrication du savon. Le mélange de l'hydroxyde de sodium permet d'avoir un savon à des critères recommandés dans le domaine cosmétiques.

**Mots clés :** antioxydant, antimicrobien, composés phénoliques, Margines, valorisation.

## Abstract

Olive oil production generates olive by-products: olive pomace (solid waste) and margines (liquid waste). The latter are a source of pollution for the environment, as they are highly harmful to the quality of water, soil and even the air. As a result, they need to be treated and/or recycled. The aim of this work is to recover these liquid effluents for use in soap production.

The aim of this study is to evaluate physico-chemical and microbiological parameters. On the other hand, to produce a soap with beneficial characteristics due to their richness in compounds of interest such as phenolic compounds and tannins. The results obtained show that the margines studied are acidic (pH 5.1), contain a polyphenol content of 40.2mg/g and the antioxidant power was of the order of 80.31%. This study demonstrated the link between the absence of microorganisms and the antimicrobial effect of phenolic compounds on the microbial load of these effluents.

With regard to soap production. Sodium hydroxide blending enables us to produce a soap that meets the criteria recommended for cosmetics.

**Key words :** antioxidant, antimicrobial, Margines, polyphenols, valorisation.