

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère De L'enseignement Supérieur Et De La Recherche Scientifique

Université Mouloud Mammeri De Tizi Ouzou

Faculté Des Sciences Agronomiques Et Des Sciences Biologiques

Département D'Agronomie



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du master académique

Spécialité : Cultures pérennes

Thème

**La contribution à la valorisation de la
margine d'huilerie par la technique de la
distillation**

Réalisé par

CHAIB FERROUDJA et AMEYOUN SARAH

Devant les membres de jury

Président : M^r SI TEYEB .H

Examineur : M^r TAGUEMOUNT .M

Promoteur : M^r ARKOUB.M

Année universitaire : 2021/2022

Remerciements

Avant tout, nous remercions dieu le tout-puissant, de nous avoir donné la force et la patience de pouvoir mener ce modeste travail.

Au moment où s'achève ce travail, permettez-nous de remercier du fond du cœur, tous ceux et celles qui, pendant ce temps de travail, nous ont dirigées, soutenues, aidées et encouragées.

Qu'il nous soit permis de témoigner notre profonde reconnaissance est nos remerciements les plus sincères à Monsieur Arkoub Mouloud, nôtres promoteur, pour la confiance qu'il nous a accordée en nous proposant ce thème de recherche. Ses critiques constructives et sa rigueur scientifique qui nous ont été utiles pour mener à bien ce travail.

Nous le remercions également pour sa patience, son extrême amabilité et ses qualités humaines.

Nous voudrions également remercier Monsieur Si-Tayeb Hachimi d'avoir accepté de présider le jury.

Nos remerciements vont aussi à Monsieur Taguemount Madjid d'avoir accepté de juger notre travail.

En fin, nous remercions toutes celles et ceux qui ont contribué, de près ou de loin, au bon déroulement de ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail en premier lieu à mes chers parents qui ont œuvré depuis ma tendre enfance, pour ma réussite de par leur amour, leur soutien inconditionnel, tous les sacrifices consentis pour mon instruction et mon bien être. Pour toute votre assistance et votre présence dans ma vie, pour votre patience et votre générosité, recevez à travers ce travail l'expression de mes sentiments les plus sincères et de mon éternelle gratitude. Puisse le tout puissant vous donner santé, bonheur et longue vie afin que je puisse vous combler à mon tour.

A mes très chers frères Karim et Nassim et à ma très chère belle-sœur Siham, puisse dieu vous donner santé, bonheurs, courage et surtout réussit.

A mes grandes mères, à mon grand-père, mes oncles et mes tantes, que dieux leurs donne une longue et joyeuse vie.

A ma binôme ferroudja ainsi que tuotes sa famille.

A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

Merci d'être là pour moi.

Sarah

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à

❖ *A ma chère mère lumière de ma vie*

Quoi que je fasse que je dise, je ne saurai point te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.

❖ *A mon cher père*

Tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager.

❖ *A la mémoire de mon grand père*

Que dieu l'accueille dans son vaste paradis ;

❖ *A mes baux frères et belles sœurs :*

Mouloud, Mustapha, Ghilas

Hakima, Yamina, Rachida, Sabrina, Mikha, Lisa

Qui m'avez toujours soutenu et encouragé durant ces années d'étude.

❖ *A mes chères amies*

❖ *A ma coupine Fetta*

Je tiens à remercier mon binôme AMEYOUN SARAH.

❖ *Ainsi qu'à mes collègues de travail :*

Fazia, Nassima, Houria

❖ *A tous ceux qui m'aiment*

❖ *Et à tous ceux que j'aime*

Puisse Dieu vous donner santé, bonheur, courage et surtout réussite

Ferroudja

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale 1

Première partie : étude bibliographique.

Chapitre I : généralité sur l'olivier.

| | |
|---|----|
| I-1- Présentation de l'espèce | 3 |
| I-2- Historique..... | 3 |
| I-3- Classification botanique..... | 4 |
| I-4- Condition climatique..... | 4 |
| I-4-1- Température | 4 |
| I-4-2- Pluviométrie..... | 4 |
| I-4-3- Altitude..... | 5 |
| I-4-4- Exigence pédologique..... | 5 |
| I-5- L'oléiculture dans le monde..... | 5 |
| I-6- L'oléiculture en Algérie..... | 6 |
| I-7- Principales variétés d'olivier en Algérie..... | 6 |
| I-8- Olive..... | 8 |
| I-8-1- Composition chimique..... | 9 |
| I-8-2- Composition physique | 10 |

Chapitre II : généralité sur l'huile d'olive

| | |
|--|----|
| II .1- Définition d'une huile d'olive..... | 11 |
| II .2- Composition chimique d'une huile d'olive..... | 11 |
| II.2-1-fraction saponifiables | 11 |
| II.2-2-fraction insaponifiable..... | 12 |
| II. 3- Processus technologique d'élaboration des huiles d'olives | 14 |
| II.3-1- Technique de fabrication..... | 14 |
| II.3-2- Les opérations préliminaires | 14 |

| | |
|-------------------------------|----|
| II.4- Mode d'extraction | 16 |
|-------------------------------|----|

Chapitre III : les sous-produits oléicoles

| | |
|---|----|
| III.1- les grignons. | 22 |
| III.1.1-Définition et types de grignons. | 22 |
| III.1.2-Composition chimique des grignons. | 22 |
| III.1.3-La pollution des grignons d'olives. | 23 |
| III.1.4-Valorisation des grignons. | 23 |
| III.2- les margine. | 23 |
| III.2.1. Définition des margines. | 23 |
| III.2.2. L'origine des margines | 24 |
| III.2.3. Composition des margines. | 24 |
| III.2.4. Caractéristique des margines. | 26 |
| III.2.4.1. Caractéristique physico-chimique des margines : | 26 |
| III.2.5. Pouvoir polluant des margines. | 28 |
| III.2.6. La pollution des margines. | 29 |
| III.2.6.1. La pollution des eaux. | 29 |
| III.2.6.2. La pollution des sols. | 29 |
| III.2.6.3. La pollution de l'aire. | 29 |
| III.2.7. Traitement des margines | 30 |
| III.2.7.1. Procédés physiques | 30 |
| III.2.7.2. Processus thermiques | 30 |
| III.2.7.3. Techniques membranaires. | 34 |
| III.2.7.4. Procédés chimiques | 35 |
| III.2.7.5. Procédé biologique | 36 |
| III.2.7.6. Procédés combinés | 41 |
| III.2.8. Valorisation des margines | 42 |

Deuxième partie : étude expérimentale

Chapitre IV : Matériels et méthodes

| | |
|--|----|
| IV.1. Introduction | 48 |
| IV.2. Prélèvement de l'échantillon. | 48 |
| IV.3. Distillation. | 48 |
| IV.3.1. Procédure de distillation. | 49 |

| | |
|---|----|
| IV.3.2. Détermination du pH du distillat..... | 49 |
| IV.3.3. Détermination de l'acidité titrable du distillat | 50 |
| IV.3.4. Détermination de la matière grasse du distillat | 50 |
| IV.4. Extraction des polyphénols | 52 |
| IV.4.1. Préparation de réactif de Folin-Ciocalteu | 53 |
| IV.4.2. Préparation de méthanol..... | 53 |
| IV.4.3. Préparation de la solution de carbonate de sodium | 54 |
| IV.4.4. Préparation de l'acide gallique..... | 54 |
| IV.4.5. Analyse des polyphénols..... | 55 |
| IV.5. Réalisation d'une crème hydratante à base de distillat de margine | 57 |
| IV.6. Utilisation du distillat de margine dans l'alimentation | 59 |
| IV.6.1. Test de conservation des légumes | 60 |
| IV.6.2. Test de conservation d'une viande de poisson | 60 |
| IV.6.3. Elaboration d'un camembert aromatiser au distillat de margines | 61 |
| IV.6.3.1. Détermination du pH du camembert | 63 |
| IV .6.3.2. Test de dégustation et analyses sensorielle | 63 |

Chapitre V : Résultats et Discussion

| | |
|---|-----------|
| V.1. Le taux de pH du distillat | 65 |
| V.2. Le taux d'acidité titrable du distillat..... | 65 |
| V.3. Le taux de matière grasse du distillat | 65 |
| V.4. Le taux de polyphénols du distillat..... | 65 |
| V.5. Résultat de la réalisation de la crème hydratante | 67 |
| V.6. Résultats du test de conservation des légumes | 67 |
| V.6.1. Interprétation des résultats..... | 69 |
| V.7. Résultat du test de conservation d'une viande de poisson par l'hydro-distillat | 71 |
| V.8. Résultat du test de dégustation des fromages à pâte molle | 71 |
| V.9. Résultats de la mesure du taux du pH du camembert..... | 73 |
| Conclusion générale | 75 |

Références

Annexes

Résumé

Abstract

Tableau N° 01 : la classification botanique de l'olivier.

Tableau N° 02 : Orientations variétales de l'olivier en Algérie COI (2015)

Tableau N°03 : Composition chimique de l'olive (%) (BENLEMLIH et GHANAMA, 2016)

Tableau N° 04 : Composition physique de l'olive (NEFZAOUI, 1983).

Tableau 05 : Les caractéristiques physicochimiques des margines selon différents auteurs.

Tableau 06 : Composition minérale des margines :

Tableau N°07 : Composition chimique de la pâte des margines obtenue par le procédé Dalmolive (Martilotti, 1993).

TableauN°08 : Les réactifs utilisés

TableauN°09 : La valeur moyenne du pH du distillat.

Tableau N°10 : Résultats des absorbances obtenus des solutions filles d'acide gallique.

Tableau N°11 : Résultats du test des trois critères de dégustation des légumes

Tableau N°12 : Résultats du test de dégustation des camemberts.

Tableau N°13 : Le choix du jury par apport à la concentration du distillat.

Tableau N°14 : Résultat du ph des camemberts a différentes concentrations du distillat.

- Figure N° 01** : coupe longitudinale et coupe transversale d'une olive.
- Figure N°02** : la récolte manuelle des olives.
- FigureN°0 3** : Stockage des olives dans des caisses type légume
- FigureN°04** : processus d'extraction de l'huile d'olive.
- FigureN°05** : procédé d'extraction d'huile d'olive par système de la pression.
- FigureN°06** : Procédé d'extraction de l'huile d'olive par centrifugation à trois phases.
- Figure N°07** : Procédé d'extraction de l'huile d'olive par centrifugation à deux phases.
- FigureN°08** : schéma représentant la technique de distillation simple.
- FigureN°09** : la margine (Original 2022)
- FigureN°10** : le distillateur (original 2022).
- FigureN°11** : Le pH mètre (original 2022).
- FigureN0 12** : mesure du taux d'acidité titrable du distillat
- FigureN°13** : La centrifugeuse (originale 2022).
- FigureN°14** : le butyromètre (original 2022).
- FigureN15** : Matériels utiliser pour la détermination du taux de polyphénols totaux du distillat (original 2022).
- Figure N°16** : Lors de la préparation de réactif de F-C (original 2022).
- Figure N° 17** : Agitation des échantillons (photo original 2022).
- Figure N°18** : Echantillon après l'agitation (photos original 2022)
- Figure N° 19** : incubation bain-marie (original 2022).
- Figure N°20** : échantillons avant la mise au spectrophotomètre (photo original 2022).
- Figure N°21** : Les matières premières utiliser pour la réalisation d'une crème hydratante à base de distillat de margines (photo original 2022).
- Figure N°22** : présentation des deux phases
- Figure N°23** : mélange des deux phases a la même température.
- Figure N°24** : émulsion des deux phases.
- Figure N°25** : remplissage des pots de crème (photo original 2022)
- Figure N°26** : les galettes de camembert après salage (original 2022).
- Figure N°27** : Trempages des galettes de camembert (original 2022).
- FigureN°28** : préparation à l'affinage du camembert (original 2022).
- Figure N°29** : lors de la présentation du camembert au jury (photo original 2022)
- Figure N°30** : détermination du pH du distillat (original 2022).
- Figure N°31** : courbe d'acide gallique.
- Figure N°32** : courbe de tendance d'acide gallique.

Figure N°33 : résultat de la conservation des légumes avec du distillat seul (photo original 2022).

Figure N°34 : résultat de la conservation des légumes avec le distillat + vinaigre (photo original 2022).

Figure N°35 : résultat de conservation des légumes +herbes de province (photo original 2022)

Figure N°36 : résultats des différents aspects des légumes (original 2022).

Figure N°37 : Résultat de la conservation de la viande « poisson » (original 2022).

Figure N°38 : variation de la concentration du distillat dans le camembert par rapport au nombre du jury.

Figure N°39 : l'effet du distillat sur le ph du camembert.

Liste des abréviations

DCO : Demande chimique en oxygène.

MES : matières en suspension

DBO : demande biologique en oxygène

Ph : potentiel hydrogène

COI : conseil oléicole internationale

CEC : capacité d'échange cationique du sol

CEC : capacité d'échange cationique.

COT : carbone organique totale

LDL : lipoprotéine de basse densité

STLD : société de transformation du lait et dérivés.

POU : protéines d'origines unicellulaire.

K₂O : oxyde de potassium

P₂O₅ : pentoxyde de phosphore

MgO : oxyde de magnésium

F-C : Folin-Ciocalteu

Ppm : parti par million

AG : acide gras

UV : ultra violé

Kg : kilo gramme

g : gramme

g/L : gramme par litre

Mg : milli gramme

Cm : centimètre

N : normalité

Min : minute

Nm : nanomètre

M² : mètre carré

M³ : mètre cube

O₂ : oxygène

D° : degré Dornic

C° : degré Celsius

H : hectares

T : tonnes

% : pourcentage

(v /v) : volume/volume

Pb : plomb

Cd : cadmium

Fe : fer

Zn : Zinc

Cu : cuivre

Mn : manganèse

Mg : magnésium

Ca : calcium

K : potassium

Na : sodium

α : Alpha

β: Bêta

γ : Gamma



Introduction générale

L'olivier (*Olea europea* L.) est un arbre propre au climat tempéré et chaud ; actuellement, près de 98% d'olivier cultivés dans le monde se trouvent dans le bassin méditerranéen, Les 2% restant se trouvent dans le Nord et le Sud de l'Amérique, en Australie, en Afrique du Sud, En Irak en Afghanistan et récemment en Chine.

C'est une espèce de règne végétal qui occupe une place très importante dans l'arboriculture fruitière méditerranéenne et dans l'économie rurale, le patrimoine local et la protection de l'environnement.

Du point de vue botanique l'olive est une drupe c'est-à-dire que c'est un fruit charnu à noyau, elle est composée de pellicule, un péricarpe et un noyau formé d'une coque dure et d'une amande oléagineuse.

L'huile d'olive, est source de la lumière divine pour guider les hommes. Son existence remonte à l'époque antique. Depuis ce temps, il fait partie de la vie, du paysage et de la culture des populations et diverses civilisations. Avec le développement du secteur oléicole, les systèmes d'extraction de l'huile d'olives traditionnels sont remplacés par des équipements modernes. Cette amélioration est moins coûteuse et permet l'extraction de l'huile en continu dans les phases successives par centrifugation et séparation de l'huile des sous-produits. En plus de sa production principale (huile d'olive vierge et huile de grignons), l'industrie oléicole génère deux résidus, l'un liquide (les margines ou l'eau de lavage) et l'autre solide (les grignons) (**MARTIN GARCIA *et al*, 2003 ; CHIOFALO *et al*, 2004**). Dans le procédé discontinu, cette quantité d'eau ajoutée est relativement faible (environ 40 %), mais dans le système en continu, elle varie de 70 à 110 % par rapport à la quantité d'olive. Il est particulièrement riche en matière organique (**MEKKI *et al*, 2007**). En outre, le potentiel de pollution élevé de cet effluent est généralement attribué à sa teneur élevée en composés phénoliques (**CAPASSO *et al*, 1992**).

L'huile d'olive est un aliment naturelle équilibré en sa composition chimique et elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable (Borkou, 2006).

L'accroissement de la superficie oléicole introduit l'augmentation de concentration des huileries, l'apparition des nouvelles techniques modernes pour l'extraction d'huile d'olive (les systèmes continus d'extraction) et l'augmentation des quantités des sous-produits engendrés par les deux derniers qui sont :

Les grignons sont des résidus solides issus de la première pression ou centrifugation, ils sont formés des pulpes et des noyaux d'olives.

Les margines ou eau de végétation est un liquide légèrement acide (pH = 4,5 à 5), de couleur violet foncé intense qui vire vers le noir ; d'odeur forte de l'huile d'olive (IBOUKHOULEF, 2014).

La margine et le grignon qui causent des effets négatifs non négligeable sur l'environnement et la santé humaine.

L'impact négatif des margines sur l'environnement se traduit par la pollution des eaux (les rivières, la nappe phréatique...) et le dégagement de mauvaise odeurs.

Ces effluents chargés en composés phénoliques et en matières organiques créent d'importantes nuisances et perturbation, posant d'énormes problèmes d'eutrophisation et d'anoxie affectant la qualité des eaux dans laquelle elles sont déversées. Ces eaux véhiculent des rejets très pollués et leurs capacités auto épuratrices ne suffisent plus à résorber la charge de pollution, alors elles se transforment en égouts à ciel ouvert.

Pour ces différentes raisons, il est plus qu'urgent de trouver des voies de traitement et de valorisation rentrant dans le cadre du développement durable.

Afin d'éliminer ou réduire la pollution causée par les margines, plusieurs techniques physiques, chimique, ou biologique ont été mises au point. Cependant, souvent à cause de contraintes économiques et de complexité de certains procédés, elles sont moins valorisées et mal considérées et ne trouvent pas une réelle application industrielle.

C'est dans ce cadre que notre travail s'est porté sur la contribution à la valorisation de la margine d'huilerie par la technique de distillation qui est un processus physique qui consiste à séparer, par la chaleur, les différents éléments constituant un liquide ou un solide, et à les recueillir sous forme gazeuse.

L'objectif de cette étude est de l'utiliser dans d'autre domaine.

Pour cela, notre plan de travail se divise en deux grandes parties :

Une partie théorique et une partie expérimentale :

❖ Partie théorique : qui est composée de trois chapitres :

Chapitre 1 : Généralités sur l'olivier.

Chapitre 2 : Généralités sur l'huile d'olive.

Chapitre 3 : Les sous-produits oléicoles.

❖ Partie expérimentale : qui est divisée en deux chapitres :

Chapitre 4 : Matériel et méthodes

Chapitre 5 : Résultats et discussion

A la fin, notre mémoire se termine avec une conclusion générale.



Chapitre I
Généralité sur l'Oliver

I.1.Présentation de l'espèce

L'olivier est l'un des arbres rares qui occupe une place importante dans l'arboriculture fruitière méditerranéenne.

Il est cultivé pour produire des « olives », un fruit consommé sous diverses formes et dont on extrait une des principales huiles alimentaire, l'huile d'olive.

Actuellement, il est considéré comme un élément majeur de l'économie agricole dans certains pays, surtout dans notre pays (AHMIM 2008).

L'olivier appartient à la famille des Oléacées (RDOULAT.2005). Il peut vivre de 300 à 400 ans. Il présente la caractéristique de pouvoir s'adapter à tout type de sols (BARDOULAT. 2005). Sa culture est très importante pour la fixation des sols marginaux (GARGOURI et MHIRI. 2002). Il pousse au-dessous de 600 mètres d'altitude mais ils peuvent pousser à des altitudes allant à 1000 mètres ; sur des terrasses protégées et bien exposées au soleil (VERDIE. 1990).

I.2.Historique

L'apparition de l'olivier sur terre est préhistorique ; en effet, plusieurs hypothèses sont émises sur son origine. Selon les études archéologiques et paléobotaniques, la domestication de l'olivier aurait pris naissance comme celle de la plupart des espèces fruitières, au proche orient au quatrième millénaire avant notre ère, entre 3800 et 3200 ans avant J.C.

L'olivier était déjà présent bien avant que l'homme n'apparaisse sur la planète (BENHAYOUN et LAZZERI, 2007).

Ce sont d'abord, les phéniciens au 6^{ème} siècle avant J.C puis les phocéens qui diffusent l'arbre sur pourtour méditerranéen grâce à leurs échanges commerciaux. Les grecs et les romains vulgarisent et enseignent sa culture. Aussi, lorsque ces derniers arrivent en Afrique, les berbères savaient déjà greffer les oléastres (LOUSSERT et BROUSSE, 1978).

L'olivier est un arbre caractéristique du bassin méditerranéen. L'olivier sauvage (oléastre) est composante typique de la végétation arbustive méditerranéenne, il est probablement à l'origine du cultivé.

Cet arbre accompagne les mythes fondateurs des cultures méditerranéennes (BRETON et al..., 2006). A la fois symbole de paix et d'éternité, il nous donne chaque année, le meilleur de lui-même en nous offrant ses fruits délicieux et le jus qui s'en écoule quand ils sont pressés (BENHAYOUN et LAZZERI, 2007).

I.3. Classification botanique

La classification botanique de l'olivier selon **Guignard (2004)** est la suivante :

Tableau N° 01 : la classification botanique de l'olivier.

| | |
|-------------------------|---------------------|
| Embranchement | Spermaphytes |
| S/ embranchement | Angiospermes |
| Classe | Dicotylédones |
| S/ classe | Asrécidées |
| Ordre | Lamiales |
| Famille | Oléacées |
| Genre | Oléa |
| Espèce | Oléa europa |

I.4. Condition climatique

I.4.1. Température

L'olivier est un arbre des pays à climat méditerranéen où les températures varient entre 16 et 22° C (moyenne annuelle des températures). Il aime la lumière et la chaleur, supporte très bien les fortes températures, même en atmosphère sèche, et ne craint pas les insulations. De même il craint le froid, les températures négatives peuvent être dangereuses particulièrement si elles se produisent au moment de la floraison. Il est aussi apte à bien supporter les températures élevées de l'été si son alimentation hydrique est satisfaisante (enracinement profond nécessaires en climat présaharien). (Hannachi H. et al ; 2007)

I.4.2. Pluviométrie

Les précipitations hivernales permettent au sol d'emmagasiner des réserves en eau. Les pluies automnales de Septembre – Octobre favorisent le grossissement et la maturation des fruits.

La pluviométrie ne doit pas être inférieure à 220 mm par an, ce nombre peu élevé montre que l'olivier supporte bien la sécheresse Il se contente, en effet, d'une pluviométrie basse, la moins élevée de toutes les espèces fruitières.

La période du 15 Juillet au 30 Septembre est très importante pour le développement des fruits. Si elle est trop sèche, les fruits tombent prématurément et le rendement diminue considérablement. C'est pourquoi, une irrigation est parfois nécessaire pour éviter cet accident. (Hannachi H. et al. 2007).

I.4.3. Altitude

L'altitude de culture de l'olivier dépend de l'altitude. Les limites à ne pas dépasser est de 700 à 800 m pour les versants exposés au nord et de 900 à 1000m pour les versants exposés au sud. (ITAF, 2013).

I.4.4. Exigences pédologiques

L'olivier s'adapte à tous les types de sols sauf les sols lourds, compactes, humides ou se ressuyant mal. Les sols filtrants comportant des graviers ou des cailloux seront préférés aux terres trop argileuses et asphyxiantes. L'olivier n'est pas très sensible à la variation de pH (acidité/alcalinité) du sol, les sols calcaires jusqu'à pH 8.5 peuvent lui convenir, par contre les sols acides pH 5.5 sont déconseillés. Dans les sols sableux profonds, l'olivier peut vivre avec des pluviométries de 200 mm de moyenne. Dans les sols argileux, il sera nécessaire d'avoir des pluviométries de 500 mm ou de recourir à l'irrigation.

Comme l'eau est un facteur important, les teneurs limites en sels sont :

-De 2 g/l pour une pluviométrie supérieure à 500 mm

-De 1g/l pour une pluviométrie inférieure à 500 mm (ITAF, 2013).

I.5. L'Oléiculture dans le monde

L'olivier est aujourd'hui cultivé dans toutes les régions du globe (BENHAYOUN et al, 2007), dans les six continents, on le rencontre surtout entre le 25ème et 45ème degré de latitude, dans l'hémisphère nord aussi bien que au sud. Les implantations des oliveraies en Europe méditerranéenne sont limitées au nord au 45ème degré de latitude, limite imposée par les froids hivernaux et les fréquentes gelées printanières. Dans la rive sud de la méditerranée en Afrique du Nord, l'olivier n'est pratiquement plus cultivé au-delà du 25ème degré de latitude, limite imposée par les rigueurs du climat présaharien vers le sud (SAAD, 2009).

L'olivier (*Olea europea L.*) est un arbre robuste qui vit plusieurs siècles, jusqu'à 300 à 400 ans. Le climat méditerranéen convient parfaitement à l'olivier : hiver doux, printemps ou automne pluvieux, été chaud et sec, grande luminosité. Il lui faut une moyenne annuelle de température comprise entre 16 et 20 C°. Il supporte le froid (jusqu'à moins 7 C°) mais pas le gel prolongé qui peut détruire ses bourgeons en très peu de temps et donc réduire considérablement la production. Il pousse dans tout type de sol avec une préférence pour un sol légèrement calcaire (BENHAYOUN et al, 2007).

I.6.L'oléiculture en Algérie

L'olivier est l'un des arbres fruitiers méditerranéen qui occupe une place importante dans l'économie agricole, dont, la superficie dédiée au secteur oléicole, qui se répartie dans plusieurs régions : Tizi-Ouzou, Bejaïa, Bouira, Boumerdas.

La plupart des oliveraies sont situées dans des zones de montagne, sur des terrains accidentés et marginaux, peu fertiles. Le reste des oliveraies sont situées dans les plaines occidentales du pays.

La superficie dédiée au secteur oléicole est de 450 000 hectares. La production de l'huile d'olive a enregistré, durant la campagne 2015/2016, le niveau le plus élevé qui atteint plus de 9000 000 hl à travers le territoire national, soit une croissance de 25% comparativement à la campagne écoulée (ANONYME 2, 2016).

La production d'olive destinée à l'huile a connu une évolution considérable, plus de 470 000 tonnes au cours de cette campagne (ANONYME 2, 2016).

I.7.Principales variétés d'oliviers en Algérie

Les principales variétés d'oliviers cultivées en Algérie sont présentées dans le tableau 2 :

Tableau N° 02 : Orientations variétales de l'olivier en Algérie COI (2015)

| Variétés | Aire de culture | Importance | Destination | Observations |
|-------------|------------------------------------|------------|-------------|--|
| Ségoise | Ouest Algérien (Oranie, Tlemce) | 25% | Table+Huile | Très estimée pour la conservation et l'huilerie, rendement élevé en huile, |
| Cornicabra | Ouest Algérien (Oranie, Tlemce) | 5% | Table+Huile | Originnaire d'Espagne |
| Sevillanece | Ouest Algérien (Plaine d'Oran) | 3% | Table | Très intéressante par le gros calibre des fruits |

| | | | | |
|------------------------|----------------------------|---------------|-------------|---|
| Chemlal | Centre Algérien Kabylie | 10% | Huile | Huile très appréciée. Résiste en culture sèche. |
| Azeradj | Centre Algérien | 15% | Table+Huile | --- |
| Bouchouk la Fayette | Centre Algérien | 2% | Table+Huile | Intéressante pour la région de Bougaâ |
| Boukhenfas | Centre Algérien | 2% | Huile | Donne les meilleurs résultats à la station de Sidi-Aich |
| Limli | Est Algérien | 8% | Huile | Variété conseillée dans la région de jijel à Sidi-Aich |
| Blanquette | Est Algérien | 20% du verger | Table+Huile | - |
| Rougette | Est Algérien | 12% | Huile | - |
| Neb Djmel | Sud Est Algérien | 5% | Table+Huile | Variété des régions présaharienne |
| Frontoio | Centre et Est | 1% | Huile | Variété Italienne |
| Coratina | Centre et Est | 1% | Huile | Variété italienne très rigoureuse et très productive |

| | | | | |
|---------------------|------------------------------------|--------|--------------|--|
| Longue de Miliana | Centre et Est | 5% | Table +Huile | Très localisée dans la région de Miliana |
| Ronde de Miliana | Centre et Est | 5% | Table+ Huile | Très localisée dans la région de Miliana |
| Picholine Marocaine | Ouest du pays | 30% | Huile | Très commune avec la Sigoise(même caractère) |
| Ascolana | Ouest | - | Table | |
| Bouricha | Est Algérien (Collo-Oued El Kebir) | 5 à 6% | Table | Cultivée dans les régions à forte pluviométrie |

NB : On représente dans ce tableau, seulement les variétés les plus importantes. Il existe plusieurs variétés. Cependant, une même variété peut avoir différentes dénominations suivant les régions.

I.8.L'olive

Elle née au cœur de fleurs fécondées, l'ovaire se transformes en noyau et s'enrobe de la pulpe du fruit. C'est la nouaison. L'olive grossit tout l'été et passe d'un léger vert tendre a un vert plus dense, c'est la véraison. On appelle lipogenèse le moment ou les sucres est les acides du fruit se transforment en huile. En octobre l'olive atteint sa taille et commence à tourner, elle passe du vert au violacé avant de noircir définitivement. La coloration se fait de l'extérieure du fruit, plus l'olive noircit, plus elle s'enrichit en huile. [Artisans de la terre, 2010].

I.8.1. Composition chimique de l'olive

Le fruit d'olive est composé principalement d'eau, d'huile, de protéines, de minéraux (cendres), des composés hydrosolubles (sucres, phénols) et constitué en outre d'une fraction colloïdale insoluble (hémicellulose, celluloses). (BENLEMLIH et GHANAMA, 2016).

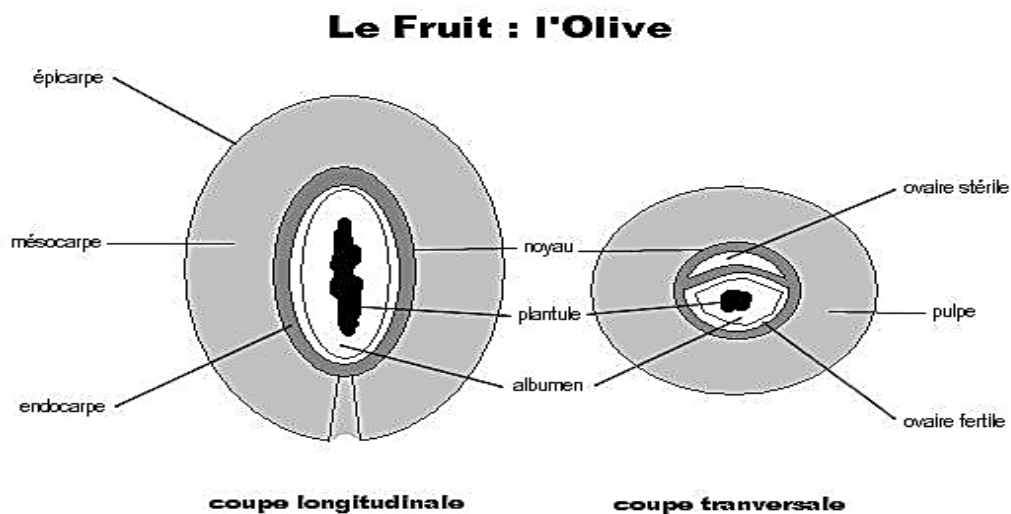


Figure N° 01 : coupe longitudinale et coupe transversale d'une olive.

Tableau N°03 : Composition chimique de l'olive (%) (BENLEMLIH et GHANAMA, 2016)

| Compositions | Exprimé (%) |
|--------------------|-------------|
| Eau | 50 (%) |
| Huiles | 22 (%) |
| Polyphénols | 1,5 (%) |
| Protéines | 1,5 (%) |
| Sucres | 18 (%) |
| Cellulose | 5,5 (%) |

I.8.2. Composition physique

La composition physique de l'olive est consignée dans ce tableau.

Tableau N° 04 : Composition physique de l'olive (NEFZAOUI, 1983).

| Composition | Poids de l'olive (%) |
|--------------------|-----------------------------|
| Épicarpe | 2,0 à 2,5 (%) |
| Mésocarpe | 71,5 à 80,5 (%) |
| Endocarpe | 17,5 à 23 (%) |
| Amande | 2,0 à 5,5 (%) |

A decorative border in a light blue color, resembling a scroll or a ribbon, frames the text. It has rounded corners and a slight 3D effect with a shadow on the left side.

Chapitre II

Généralités sur l'huile d'olives

II.1. Définition de l'huile d'olive :

L'huile d'olive est une variété d'huile alimentaire, à base de matière grasse végétale extraite des olives lors de la trituration dans un moulin à huile. Elle est un des fondements de la cuisine méditerranéenne et peut être, sous certaines conditions, bénéfique pour la santé.

II.2. La composition chimique de l'huile d'olive :

La composition biochimique de l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs tels que : La variété, la région de provenance, les conditions environnementales, le degré de maturité du fruit, les techniques d'extraction, et les conditions de stockage (Iddir ,2019).

Les constituants de cette denrée alimentaire sont classés en deux grandes catégories dont la première représente une fraction saponifiable (98%) ; et qui est formée principalement de triglycérides et d'acides gras libres. La seconde ; correspond à la partie insaponifiable (2%) (Un mélange complexe de composés mineur) (Lazzez et al ,2006).

II.2.1. La fraction saponifiable :

Cette fraction représente 99 % de l'huile d'olive. Elle est composée essentiellement de Triglycérides et d'acides gras (AG). La composition en acides gras et triglycérides de l'huile d'olive dépend du climat, de la variété, de la latitude et du degré de maturité des olives (JOAQUIN et CARMEN, 2002).

- **Les triglycérides**

Les triglycérides sont les constituants les plus abondants de l'huile d'olive et constituent la masse essentielle de corps gras. Ils résultent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par trois acides gras (MICHEL, 2002).

- **Les acides gras :**

Les acides gras présents dans l'huile d'olive se trouvent sous forme d'ester de glycérol ou sous forme libre. Ce sont des monoacides linéaires à nombre pairs (majoritaires) et impairs d'atomes de carbone dont le nombre varie de 14 à 24. Soit saturée (14%) soit mono (72%) ou polyinsaturée (14%) (norme européenne).

Les acides gras sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle. Cette chaîne carbonée peut être dépourvue de toute double liaison carbone-carbone, dans ce cas les acides gras sont dits « saturés ».

Elle peut également contenir une double liaison (Acides Gras Monoinsaturés (AGMI) ou plusieurs doubles liaisons (Acides Gras Polyinsaturés AGPI).

Dans l'huile d'olive on trouve de l'acide linoléique (oméga 6) et de l'acide alpha linoléique (oméga 3). Ces acides gras sont dits « essentiels » car ils ne peuvent pas être synthétisés par l'homme et doivent donc être apportés par l'alimentation.

La composition en acide gras d'une huile d'olive avec des normes telles que celle du Codex Alimentaires en plaçant des limites hautes et basses sur les proportions de chacun des acides gras.

II.2.2. Fractions insaponifiables :

Les substances insaponifiables indiquent l'ensemble des constituants (naturels) qui ne réagissent pas avec un hydroxyde alcalin pour donner des savons et qui, après saponification restent solubles dans des solvants classiques des corps gras (hydrocarbures saturés, éthers diéthylique ou diisopropylique, solvants chlorés, etc.). Ces substances représentent de 1 à 2% de l'huile et constituent un mélange complexe de composés appartenant à des familles chimiques diverses : Les stérols ; Les tocophérols (vitamine E) ; Les pigments colorants (Les chlorophylles et carotènes) ; Les composés phénoliques, et d'autres composés mineurs telle que : Les hydrocarbures, les alcools tri terpéniques et les phospholipides.

- **Les Stérols :**

Les stérols sont des constituants essentiels des membranes cellulaires, et on les trouve aussi bien chez les animaux que dans les végétaux. La quantité totale de stérols dans l'huile d'olive vierge extra varie, selon les équipes de chercheurs, de 113 à 265 mg/100 g. Dans l'huile d'olive, le principal stérol, est le β -sitostérol, qui représente jusqu'à 90-95 % du total.

Le campésterol et le stigmastérol comptent respectivement pour 3 % et 1% du total (KIRITSAKIS et MARKAKIS 1987 ; GUTIERREZ et al, 1999).

Parmi les facteurs qui influent la teneur de l'huile d'olive en stérols, figurent : la variété des olives et leur degré de maturité (GUTIERREZ et al, 1999).

- **Les tocophérols :**

Les tocophérols (Vitamine E), dont 90% se trouve à l'état α -tocophérol, sont les constituants de l'huile d'olive les plus actifs biologiquement. Les teneurs de l'huile d'olive en

tocophérols variant de 1,2 à 43 mg/100g. Les autres tocophérols (β et γ) ne sont présents qu'à l'état de traces (KIRITSAKIS et MARKAKIS 1987 ; PSOMIADOU et al, 2000).

- **Les pigments colorants**

Les pigments colorants donnent sa belle couleur jaune ou verte. Ce sont principalement la chlorophylle pour la couleur verte et le carotène pour la couleur jaune. Leur proportion dépend beaucoup de la maturité des olives (Charles et Guy, 2008).

- **Les composés phénoliques**

L'une des caractéristiques les plus importantes de l'huile d'olive est sa richesse en composés phénoliques. Elle renferme plus de 30 composés phénoliques (Visioli et Galli, 1994).

Ce sont des substances naturelles qui confèrent à l'huile d'olive des propriétés organoleptiques et contribuent à la bonne stabilité de l'huile à l'auto-oxydation (Perrin, 1992).

Les composés phénoliques de l'huile d'olive sont originaires du fruit. Les principaux composés sont l'oleuropéine, la diméthyloléuropeine, ligstroside et la verbascoside.

- ✚ **Autre composés mineurs**

Il existe dans l'huile d'olive d'autres composés mineurs qui revêtent un intérêt biologique, nutritionnel et ceux qui, contribuent à la caractérisation et l'identification variétale notamment :

- **Les hydrocarbures**

Responsables de la couleur bleue spécifique aux huiles d'olives notamment le squalène ($C_{30}H_{50}$) qui peut représenter entre 32 à 50% de la totalité de l'insaponifiable (COI, 2015).

- **Les alcools triterpéniques**

L'huile d'olive contient de nombreux alcools (Stérols, méthylstérols, alcools triterpéniques, alcools aliphatiques, etc.) mais en très petites quantités, (100 à 300 mg/100g). Aissaoui Y, 2016).

- **Les phospholipides**

Présent en quantité peu élevées ils sont représentés par la phosphatidylcholine et la phosphatidyléthanolamine (UZZAN, 1992).

II.3. Processus technologique d'élaboration des huiles d'olive :

L'objectif principal de la culture de l'olivier a toujours été la production d'huile d'olive. Ainsi que le but de toutes méthodes d'extraction consiste à extraire la plus grande quantité d'huile sans altérer sa qualité d'origine ; alors l'utilisation de processus mécaniques ou physiques est important afin d'obtenir un produit préservant ses caractéristiques initiales (Hermoso et al ,1991).

II.3.1. Technique de fabrication :

C'est la technologie qui conduit du fruit à l'huile, elle est assez particulière et complexe. La qualité du produit est souvent la fonction d'une mise en œuvre correcte de cette technologie (Encyclopédie mondiale de l'olivier- C O I. 1997)

II.3.1.1. Les opérations préliminaires

- **La récolte des olives :**

Pour extraire une huile d'olive de haute qualité ; il est nécessaire que la matière première à partir de laquelle cette denrée est obtenue soit avec les meilleurs critères de pureté. Ces derniers correspondent à ce que les fruits soient sains ; non abimés et arrivés au stade de maturité (El Antari et al, 2000) ; qui désigne la période où la couleur passe du vert jaune au violet noir (Psyllakisi et al, 1980).

Donc le moment idéal de la récolte des olives est celui où l'on obtiendra la production max d'huile avec les meilleurs caractéristiques organoleptiques (parfum, saveur, ...etc.) (Jardakt,1977). La récolte des olives est exécutée avec différents systèmes qui peuvent être manuelles ou mécaniques (Bensalah et al, 1987).

- a) **La récolte manuelle**

C'est la plus ancienne technique et la seule utilisée en Algérie ; elle s'effectue à la main avec un simple instrument de gaulage ou bien par chute naturelle de fruit (Aoukli et chetouhe ; 2019) ; ou aussi avec utilisation d'une sorte de peigne qui permet de détacher les olives de leurs branches (YOUY et al, 1988). En plus, des filets permanents de récolte doivent être étendus sous les arbres pendant toute la période de récolte (Encyclopédie, 1990) afin que les olives ne soient pas en contact direct avec le sol (Aoukli chetouhe ; 2019).



Figure N°02 : la récolte manuelle des olives.

b) La récolte mécanique :

Elle se fait par des équipements appropriés comme les crochets vibrants, les peignes oscillants et les vibreurs (Aoukli et chetouhe ; 2019).

Les peignes mécaniques utilisés sont équipés d'un moteur qui leur permet de tourner au bout d'une manche télescopique, par contre sur les grandes exploitations la technique de vibration des branches est la plus utilisée dont des pinces métalliques enserrant le tronc de l'olivier puis une vibration à haute fréquence sera appliquée au tronc qui va laisser les olives mûres de tomber de l'arbre (Benariba, 2017).

▪ **Le transport des olives :**

Une fois les olives cueillies ; elles doivent être transportées le plus vite possible. Cette opération se fait à l'aide d'une voiture ayant un corps basculant ou d'un tracteur ; et qui seront recouvert d'une toile imperméable et ou en utilisant de petites caisses en plastique trouées afin de permettre la circulation de l'air et la dispersion de la chaleur des fruits. Pour éviter l'écrasement de ces derniers, il est important de limiter la profondeur des couches d'olives et le temps de transport.

Les olives doivent être transformées dès leur arrivées dans les huileries et si cela n'est pas possible alors il faudra les conserver de manière à ce que leur qualité ne soit pas altérée mais cette conservation sera d'une courte durée (APARICIO et Harwood ; 2013).

- **Stockage des olives :**

Le système le plus rationnel de stockage des olives consiste à réaliser des couches ne dépassant pas 10 à 12 cm de hauteur sur le sol ou avec utilisation de claies superposables pour que l'air circule. Il est possible également de conserver les fruits dans des caisses en plastique percées à condition que les couches ne soient pas supérieures à 20-30 cm (Tchouar et Selka ; 2014).

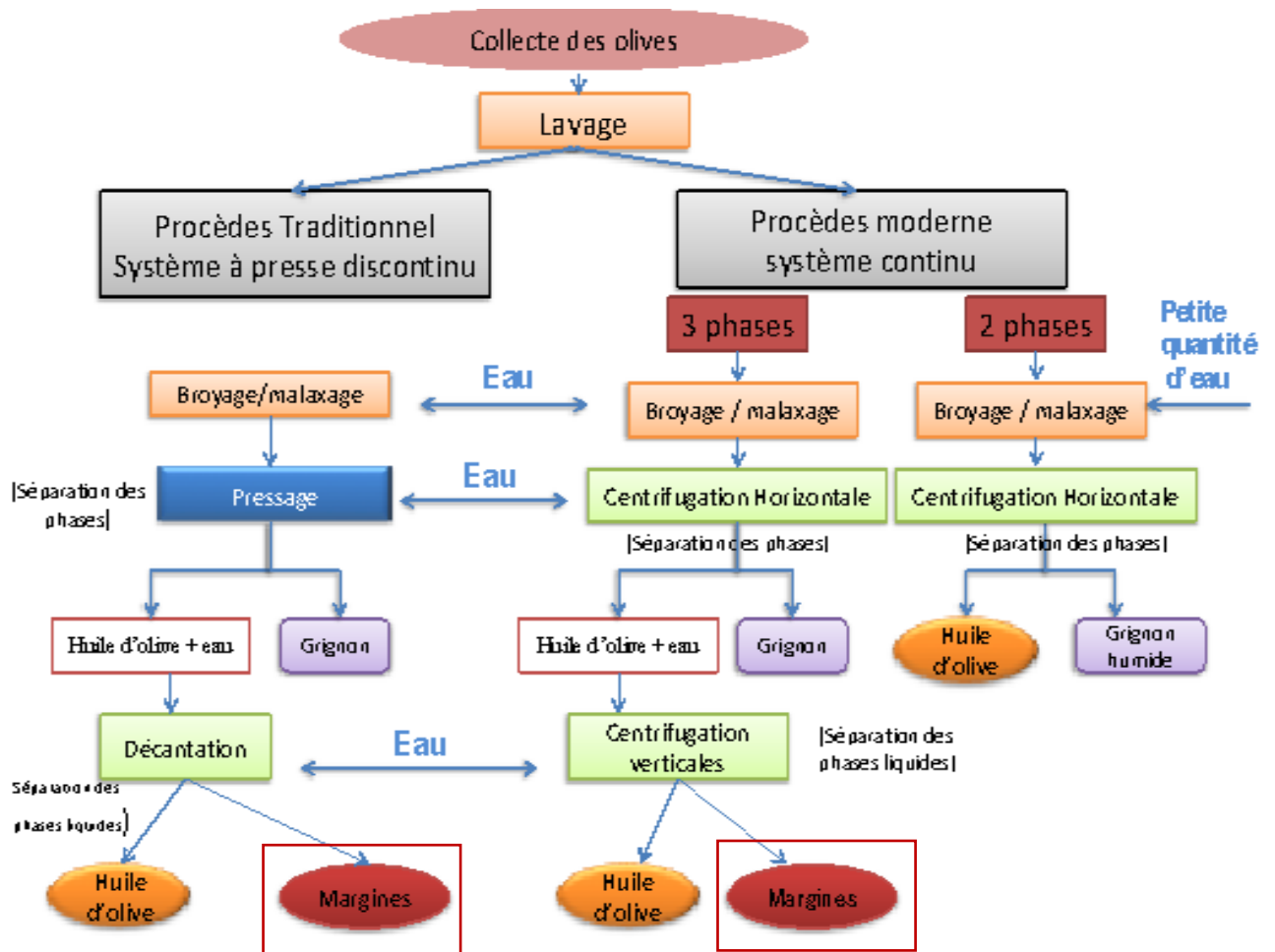
Ensuite, tout doit être entreposé au frais, à l'abri de la lumière et loin de toute source de chaleur et dans un milieu bien aéré. Aussi, il est nécessaire d'éviter de stocker les olives saines avec les olives dans un état avancé de maturité afin de prévenir la fermentation ; le développement des moisissures ou le réchauffement (Morillo, 1992).



FigureN°0 3 : Stockage des olives dans des caisses type légumes

II.4. Mode d'extraction

L'extraction de l'huile d'olive a toujours été le principal objectif de la culture de l'olivier, les méthodes d'extractions ont évolué mais le processus d'extraction d'huile d'olive reste toujours le même il inclut : le triage, le broyage, le malaxage et la séparation des phases liquides (**Blogspot, 2008**).



FigureN°04 : processus d'extraction de l'huile d'olive.

A. Procédé discontinu ou système à presse

□ **Effeillage- Lavage**

Le premier stade du cycle de production de l'huile consiste à trier les olives pour les séparer des corps étrangers (brindilles, terres, cailloux, feuilles...), ce travail de tri se fera à la main, à l'aide de tamis ou de machines adaptée après triage, il convient de procéder à l'opération de lavage des olives à l'aide d'un courant d'eau recyclable.

Le nettoyage des olives vise principalement l'élimination de toutes les impuretés pouvant avoir des négatives sur la qualité organoleptiques (couleur, odeur, gout) de l'huile et sur le matériel d'extraction.

Il se fait par immersion des olives dans un bac d'eau ou dans les installations modernes, des laveuses ad-hoc qui maintiennent l'eau en mouvement forcé pour améliorer le résultat de l'opération. Pour obtenir une huile de qualité, il est important dans cette phase que l'eau utilisée soit propre en la renouvelant fréquemment.

□ **Broyage**

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

□ **Malaxage**

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

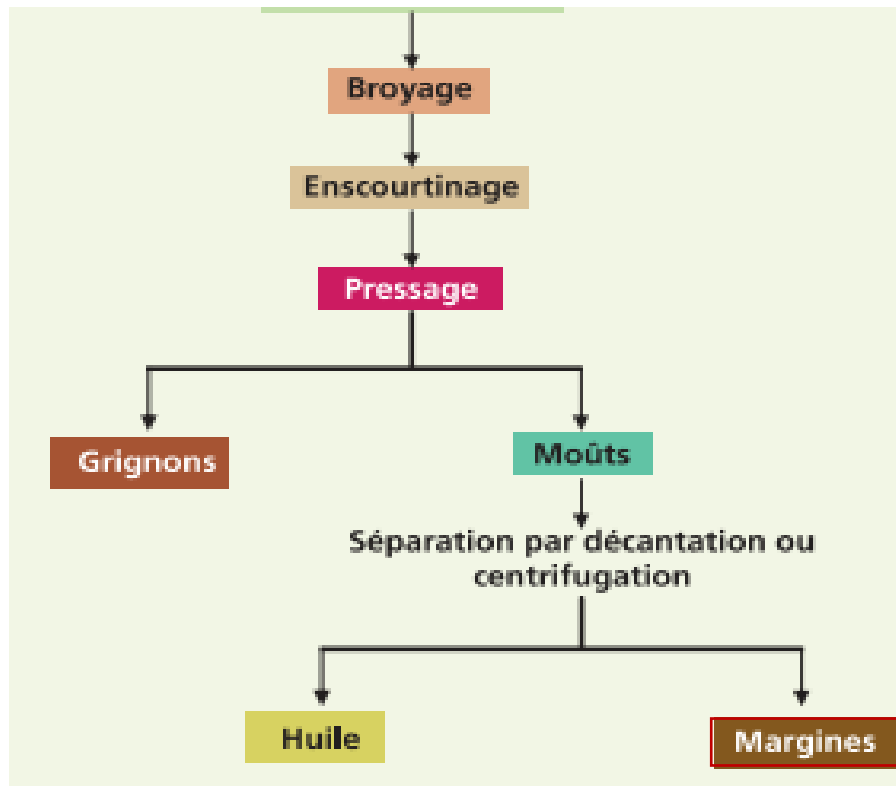
□ **Séparation des phases liquide-solide**

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

L'ensemble est placé sur un piston de presse hydraulique qui permet de faire subir à la pâte une pression de l'ordre de 100 kg/cm². La phase liquide s'écoule dans un bac. Le grignon reste sur les scourtins. Cette opération dure environ 45 minutes. Ensuite chaque scourtin est débarrassé de son grignon en le tapant comme un tapis.

□ **Séparation des phases liquide-liquide (Décantation)**

L'huile ayant une densité inférieure à celle de l'eau (0,920 g/litre) remonte à la surface. Il s'agit de la décantation naturelle. Cependant cette méthode n'est presque plus utilisée, en raison de sa lenteur et de la difficulté pour bien séparer l'huile de l'eau dans la zone de limite entre les deux Fluides. Ce sont des centrifugeuses verticales à assiettes qui permettent aujourd'hui de séparer l'huile d'olive des margines.



FigureN°05 : procédé d'extraction d'huile d'olive par système de la pression.

B. Procédé continu ou système à centrifugation

Broyage

Il est réalisé par des broyeurs mécaniques à disques ou à marteaux. Ces broyeurs peuvent travailler en continu, la pâte étant obtenue presque instantanément, ils sont moins encombrants, moins coûteux et offrent un meilleur rendement.

Malaxage

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

Séparation des phases

La pâte malaxée est injectée par une pompe dans une centrifugeuse dont l'axe est horizontal. Cet appareil est appelé décanteur horizontal.

□ Décantation

On utilise des centrifugeuses verticales à assiettes qui permettent de séparer l'huile d'olive des margines, a cette étape on trouve deux procédés différents de séparation des phases.

C. Procédés continus

□ Procédé continu à trois phases

Après le broyage, la pâte est envoyée à l'aide d'une pompe doseuse à vitesse variable vers une centrifugeuse horizontale où se produit une séparation des trois phases (le grignon, huile et la margine) pour passer ensuite dans des centrifugeuses verticales finales, pour séparer l'huile des margines.

L'inconvénient majeur de ce système est la consommation de grandes quantités d'eau, entraînant une pollution plus importante.

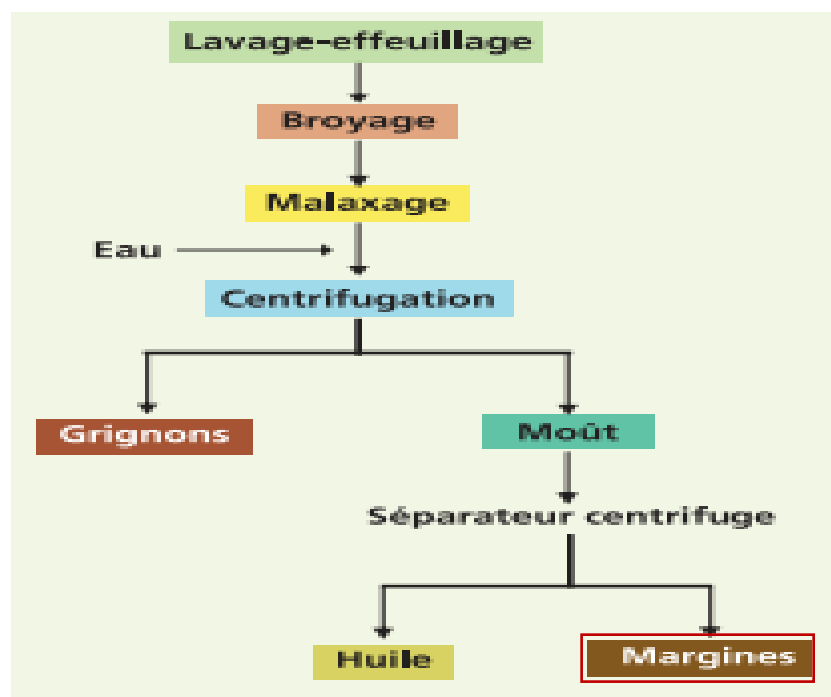
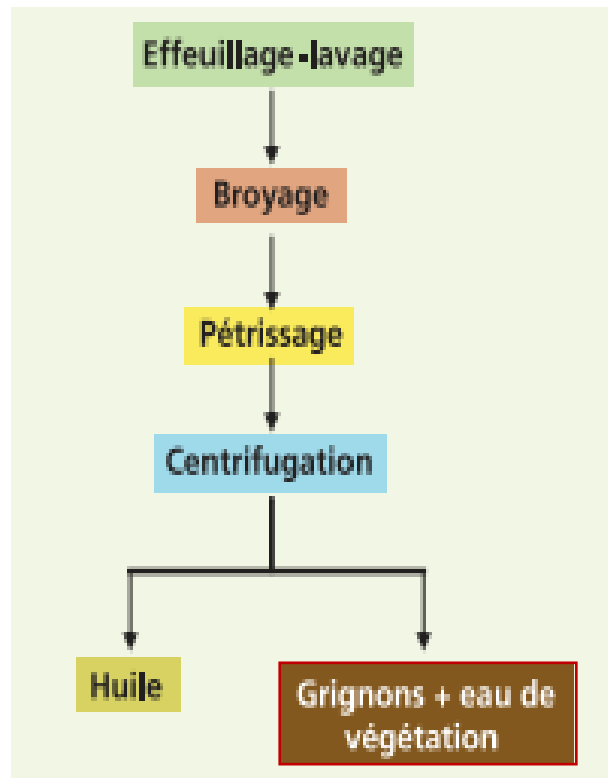


Figure N°06: Procédé d'extraction de l'huile d'olive par centrifugation à trois phases.

□ Procédé continu à 2 phases

Ce système appelé également système écologique, utilise une seule centrifugeuse permettant de séparer l'huile et les grignons humidifiés par les eaux de végétation prévenant de l'olive. Les huiles produites par ce procédé sont plus riches en anti oxydants et présentent une plus grande stabilité à l'oxydation que les huiles extraites par le système à trois phases.

Le schéma suivant représente les différentes étapes pour l'extraction des huiles d'olives à deux phases :



FigureN°07 : Procédé d'extraction de l'huile d'olive par centrifugation à deux phases.

Avantages et Inconvénients du système continu deux phases (COI)

- + Des rendements supérieurs en huile de qualité.
- + Le cycle d'extraction plus court dans le temps.
- + Le travail continu.
- + Consommation énergétique élevé.
- + Consommation d'eau basse.
- + Coûts d'élimination des effluents du fait de la quantité d'eau de végétation produite et de la charge
- + Polluante plus élevé.

A decorative scroll frame with a blue outline, featuring a scroll-like top edge and a vertical scroll-like left edge. The text is centered within the frame.

Chapitre III

Les sous-produits oléicoles

L'industrie oléicole engendre, en plus de l'huile (l'huile d'olive vierge et l'huile de grignon) comme produit, de grandes quantités de sous-produits qui sont deux résidus l'un liquide (margine) et l'autre solide (grignon, les feuilles et le bois de taille).

III.1. Grignon

III.1.1. Définition et types des grignons

Sont des résidus solides issus de l'extraction de l'huile d'olive (par la première pression ou centrifugation). Il est constitué de pellicule (l'épicarpe de fruit), la pulpe (mésocarpe) et coque et amande de noyau (l'endocarpe). On distingue quatre types de grignon:

-Grignon brute : c'est le résidu de la première extraction de l'huile d'olive.

-Grignon épuisé : c'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par un solvant (l'hexane). Il est caractérisé par une faible teneur en huile et une teneur en eau réduite du fait qu'il a été déshydraté pour permettre le processus de l'extraction.

-Grignon partiellement dénoyauté : produit après dénoyautage du grignon brut.

-Grignon épuisé et partiellement dénoyauté : sont constitués essentiellement par la pulpe et une petite proportion de coque qui ne peuvent pas être séparée complètement par les procédés de tamisage ou de ventilation (BOUDISSA, 2012).

III.1.2. Composition chimique de grignon

La composition chimique de grignon varie selon le stade de maturité des olives et le procédé d'extraction de l'huile. Cette composition peut se résumer comme suit :

- ✓ La teneur en cendre est normalement faible (3 à 5 %).
- ✓ Les teneurs élevées rencontrées sont dues à l'absence de lavage et à la présence des olives ramassées.
- ✓ Les teneurs en matières azotées varient moins fortement et sont en moyenne de l'ordre de 10%.
- ✓ La teneur en matière grasse est relativement élevée et varie principalement selon le procédé technologique employé.
- ✓ L'épuisement de grignons permet d'avoir un produit dont la teneur oscille entre 3 et 4 % de la matière sèche.

Ces matières grasses sont composées principalement d'acide oléique (84%), stéarique, palmitique, myristique et linoléique.

- ✓ La teneur en cellulose brute est élevée (32 à 47%) (NEFZAOU, 1991).

III.1.3. Pollution du grignon d'olive

La majorité des grignons sont rejetés dans la nature et sont une source de pollution. Ils peuvent être contaminés par des champignons, ou bien ils rejettent des substances toxiques dans l'environnement. Les toxines fongiques ou les composés polyphénoliques qui résistent à la dégradation bactérienne peuvent se lixivier, menaçant ainsi la santé humaine et l'environnement. Plusieurs sources d'eau ont été contaminées (BOUDISSA, 2012).

III.1.4. Valorisation des grignons

Plusieurs techniques qui sont adoptées pour le traitement des grignons d'olive.

❖ L'extraction de l'huile de grignon

L'huile de grignon est récupérée par un solvant. Elle est utilisée pour la consommation humaine et en industrie pour la fabrication du savon (BOUDISSA, 2012).

❖ Alimentation du bétail

Etant comme un produit non toxique, le grignon peut être destiné à l'alimentation des animaux.

❖ Utilisation de grignon comme un engrais

Les cendres peuvent être utilisées comme un engrais en raison de leurs teneurs élevées en oxyde de potassium et en phosphore (BOUDISSA, 2012).

❖ Milieu de culture pour les levures

Le grignon d'olive est un milieu de culture de différentes levures, grâce à sa richesse en éléments minéraux, en sulfate d'ammonium et en oligo-élément.

❖ Utilisation comme combustible

C'est l'application la plus utilisée dans la majorité des pays producteurs d'huile d'olive.

❖ Autre utilisation possible de la coque

Après séparation, la coque peut être utilisée comme combustible dans l'industrie de bois ou comme matière première pour la fabrication du furfural, un composé chimique utilisé comme solvant en raffinage pétrochimique (BENHAYOUN et al, 2007).

III.2. La MARGINE

III.2.1. Définition

Les margines sont des rejets liquides issus de la trituration des olives. Elles sont souvent répandues dans la nature de manière incontrôlée sur les sols agricoles ou parfois

stockées dans des bassins pour évaporation naturelle, exposant ainsi les systèmes eau-sol-plante à une pollution inéluctable. Les eaux sont exposées au problème d'eutrophisation (RANALLI, 1991) et le sol se colmate causant ainsi la destruction de la faune et de la flore.

Les margines sont composées de 40 à 50% de l'eau végétal qui provient du fruit (olive) et le reste de l'eau de fabrication ajoutés lors de processus de trituration (AISSAM, 2003).

Elles sont caractérisées par un pH acide (3-5) et une très grande conductivité électrique. Sa couleur noire est due à la présence des polyphénols.

Les composées fondamentales des margines sont l'eau (83 - 96 %), les matières organiques (3,5 – 15 %) et de sels minéraux (0,5 – 2 %) (IBOUKHOULEF, 2014). Les changements dans les caractéristiques des margines résultent du type du procédé d'extraction de l'huile, de la qualité et de la variété des olives (IBOUKHOULEF, 2014).

III.2.2. L'origine des margines

Les olives contiennent environ 20% d'huile, 30% de grignons et 50% d'eau de végétation (Di-Giovacchino *et al*, 1988 ; Hamdi *et al*, 1992). Les margines sont obtenues lors de l'extraction de l'huile d'olive à partir de l'eau contenue dans le fruit et de l'eau ajoutée au cours du broyage et des étapes de trituration (Galanakis *et al*, 2010). Les différentes techniques d'extraction d'huile d'olive aboutissent à la formation des margines en quantités variables, allant de 400 à 500 L/tonne d'olives pour les unités traditionnelles et une tonne de margines /tonne d'olives pour les unités modernes (Achak *et al*, 2009).

III.2.3. La composition des margines

La composition des margines fluctue selon la variété de l'olive mais aussi de leur mode d'extraction, les éléments minéraux dont les plus abondants sont le potassium, le calcium, le sodium et le magnésium ainsi qu'en éléments organiques de nature et de concentrations différentes :

- **Les sucres**

Les composés ligno-cellulosiques et les pectines jouent un rôle important dans la texture des olives. Outre la cellulose et la pectine issues de la pulpe d'olives, plusieurs autres sucres sont présents. Leur concentration varie de 2 à 8 % du poids de la pulpe d'olive fraîche. La valeur de ces derniers indique l'état de fraîcheur des margines.

- **Les protéines**

Ils représentent la fraction azotée avec une teneur variant de 1,2 % à 2,4 % dans les margines.

- **Les vitamines**

Les margines contiennent plusieurs types de vitamines, les plus abondantes sont celles du groupe D avec une concentration de 124 mg / Kg de margines.

- **Les acides organiques**

Les plus fréquents sont les acides glycériques, lactiques et fumarique. Leur teneur varie entre 0,5 et 1,5%.

- **L'huile**

La concentration d'huile contenue dans les margines varie de 0.03 à 1% et dépend du procédé d'extraction utilisé. L'acide oléique est l'acide gras le plus abondant avec une valeur de 65% des acides gras totaux de l'huile.

- **Les composés phénoliques**

Ils sont caractéristiques des huiles d'olives vierges et leur confèrent des propriétés particulières (stabilité oxydative, saveur...). Ils sont issus de l'hydrolyse enzymatique des glucides et des esters de la pulpe d'olive au cours du processus d'extraction. Les margines comptent des composés de structure variable.

- **Les sels minéraux**

Les margines présentent une forte teneur en sels minéraux causé essentiellement par les chlorures de sodium, liée probablement au salage pratiqué pour conserver les olives jusqu'à leur trituration.

- **Les phosphates**

La teneur en ortho phosphates dépend des conditions climatiques et de l'utilisation ou non des engrais.

- **Les polyphénols**

Les polyphénols sont une catégorie de molécules organiques largement répandues dans le règne végétal et dans nos aliments, réputés pour leurs propriétés antioxydants. Ils sont constitués d'un assemblage complexe de molécules plus petites, les phénols, comportant un noyau benzénique et des fonctions hydroxyle.

Les polyphénols comprennent entre autres des phénols simples, des acides phénoliques, des coumarines, des flavonoïdes, ainsi que des formes polymérisées, tels les tanins et la

lignine. Ils sont responsables à la fois de l'arôme, de la couleur et des propriétés antioxydants des végétaux.

On leur attribue de nombreux bienfaits sur la santé, comme la diminution des risques de maladies cardio-vasculaires, inflammatoires ou neurodégénératives, la prévention du cancer, des effets antiplaquettaires, la régulation de la tension artérielle, etc. C'est pourquoi ils sont utilisés en cosmétique et en pharmacologie, comme anti-âge, compléments alimentaires, principes actifs de médicaments, etc.

III.2.3. Caractéristiques des margines

III.2.3.1. Caractéristique physico-chimique des margines

Les principales caractéristiques des margines sont comme suit :

❖ L'acidité

Les margines présentent un caractère très acide, leur pH varie entre 4 et 5,5, cette faible valeur de pH est due à leurs richesses en acides organiques.

❖ La conductivité électrique

Les margines présentent une forte charge saline due aux chlorures de sodium, lié au salage pratiqué pour conserver les olives avant leur trituration, leur conductivité varient de 5 à 40 ms/cm.

❖ La demande chimique en oxygène

La DCO correspond à la consommation d'oxygène nécessaire à l'oxydation complète de la matière organique des margines. Généralement la DCO moyenne des margines varie entre 30 et 150 g / L.

Elle représente essentiellement les composés phénoliques qui sont responsables de la toxicité des margines.

❖ Les matières en suspension

Les margines sont très chargés en MES qui sont dû aux matières organiques et minérales lors du lavage et trituration des olives.

❖ Les matières minérales

Elles représentent les éléments minéraux que contiennent les margines.

❖ Les matières volatiles

Les margines sont riches en matière volatile, ceci est dû à leurs forte teneur en matière organique.

❖ Les composés phénoliques

Les margines comptent divers composés phénoliques de structure variable. Issu de l'hydrolyse enzymatique des glucides, des esters de la pulpe d'olive au cours du processus d'extraction. Leur teneur varie entre 3 et 5 g/L et elle peut même dépasser 9 g/L.

❖ Le taux de graisse

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% (v/v). L'acide oléique est l'acide gras le plus abondant avec un pourcentage de 65% par rapport à la totalité d'huile.

Tableau 05 : Les caractéristiques physicochimiques des margines selon différents auteurs.

| Paramètres | Unité | Paraskeva et al ; (2007) | Asses et al; (2009) | Karpouzas et al ;(2010) | El- Abbassi et al ; (2013) | Mekki et al ; (2013) | Khoufi et al ; (2015) | Gamme de Valeurs |
|----------------------------|-------|--------------------------------|---------------------------|-------------------------------|-------------------------------------|----------------------------|-----------------------------|------------------------|
| Ph | --- | 5,2 | 5,1 | 5,7 | 5,3 | 5 | 4,8 | 4,8-5,7 |
| Conductivité | Ms/cm | 5 | --- | 11 | 24 | 81 | 17,5 | 5-81 |
| DCO | g/L | 16,5 | 95 | 48 | 156 | 53 | 150 | 16,5- 156 |
| DBO | g/L | --- | --- | --- | --- | 13,4 | 37,5 | 13,4- 37,5 |
| Résidus sec | g/L | 11,5 | 84,2 | --- | 90 | 39,4 | 53,16 | 11,5-90 |
| Lipides | g/L | --- | --- | --- | 7 | --- | --- | 7 |
| Phénols | g/L | 0,8 | 4,82 | 8,8 | 4,1 | 8,6 | 8,9 | 0,8-8,9 |
| Sucre | g/L | 1,3 | --- | --- | 4,3 | --- | --- | 1,3-4,3 |
| Nitrogène Total | g/L | 0,06-0,3 | --- | 0,9 | --- | 0,5 | --- | 0,06-0,9 |

Tableau 06 : Composition minérale des margines :

| Elément | Unité | Mekki et al; (2006) | Karpouzias et al ;(2010) | Moraetis et al ;(2011) | Danellakis et al ;(2011) | Plotrowska et al ;(2011) | Gamme de Valeurs |
|-----------|-------|---------------------------|--------------------------------|------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|------------------------|
| Pb | µg/L | --- | --- | 6,7 | 10 | --- | 6,7-10 |
| Cd | µg/L | --- | --- | 0,03 | 1 | --- | 0,03-1 |
| Fe | mg/L | 23 | 6,5 | --- | 8,88 | 20 | 6,5-23 |
| Zn | mg/L | --- | 3,4 | 2,94 | 4,98 | --- | 2,94-4,98 |
| Cu | mg/L | --- | 2,4 | --- | 2,96 | --- | 2,4-2,96 |
| Mn | mg/L | --- | 0,9 | 1,61 | 2,7 | 20 | 0,9-20 |
| Mg | g/L | 0,19 | 0,12 | 0,11 | 0,11 | 0,03 | 0,03-0,19 |
| Ca | g/L | 0,9 | 1,1 | 0,15 | 0,29 | 0,03 | 0,03-1,1 |
| K | g/L | 8,6 | 6,1 | 4,22 | 0,73 | 3,47 | 0,73-8,6 |
| Na | g/L | 0,8 | 0,07 | --- | 0,15 | 0,05 | 0,05-0,8 |

III.2.4. Pouvoir polluant des margines

L'autre caractéristique des margines est la très grande variabilité de leur composition et partant de leurs propriétés.

Les paramètres définissant le pouvoir de pollution du produit n'échappent pas non plus à cette variation. Il s'agit :

- de la DBO 20000 à 55000 mg/l ;
- de la DCO 60000 à 180000 mg/l ;
- des résidus solides 3 à 10 % ;
- des résidus insolubles 0.04 à 0.5 % ;
- les substances phénoliques sont partiellement toxiques et inhibent le développement des Micro-organismes aussi bien en présence ou en l'absence d'Oxygène (BOUDOUKHANA, 2008).

III.2.5. La pollution des margines

Les margines, effluents d'extraction de l'huile d'olive, posent de sérieux problèmes de pollution par leur concentration élevée en matières organiques et en polyphénols.

Des études de toxicité et de biodégradabilité ont montré que les composés phénoliques qui sont de nature humiques et responsables de la coloration noire sont très peu toxiques et très difficilement biodégradables, par contre, les composés tanniques sont très toxiques mais biodégradables (BOUDOUKHANA, 2008).

III.2.5.1. La pollution des eaux

Les margines sont rejetées le plus souvent dans des récepteurs naturels, des cours d'eau, sans aucun contrôle préalable et nuisent fortement à la qualité de ces eaux de surfaces ; la très forte charge en matières organiques empêche ces eaux de s'auto-épurer et la pollution peut s'étendre sur de très longues distances (Mebirouk, 2002).

La coloration des eaux naturelles due aux tannins est l'un des effets les plus visibles de la pollution. De plus, la teneur élevée en sucres réducteurs provoque la prolifération des micro-organismes qui y profitent comme substrat, ceci diminue la disponibilité de l'oxygène pour d'autres organismes vivants et entraîne un déséquilibre de l'écosystème aquatique, de même que l'accumulation du phosphore provoque l'eutrophisation des eaux et favorise la multiplication de pathogènes (Lacomelli, 2000).

III.2.5.2. La pollution des sols

Les acides, les éléments minéraux et les substances organiques aboutissent à une destruction de la capacité d'échange cationique du sol (CEC), par suite, une réduction de la fertilité du sol. La fertilité du sol se réduit suite à l'action altérante des acides, des minéraux et des composés organiques (Cadillon, SD).

L'acidité des margines a un impact négatif sur le sol et ses constituants (destruction des espèces et des micro-organismes de sol. Par ailleurs le caractère visqueux des margines entraîne la formation d'un dépôt huileux qui provoque l'imperméabilisation du sol dans un premier lieu et son asphyxie par la suite. Ceci entraîne la stérilisation du sol et le déséquilibre de la symbiose entre la microflore du sol et les plantes (IBOUKHOULEF, 2014).

III.2.5.3. La pollution de l'air

Les fortes teneurs en sels des margines, leur forte charge et leur acidité sursaturent le milieu récepteur et provoquent des conditions d'anaérobioses propices aux dégagements

d'odeurs désagréables liées à la formation d'acide H₂S lors du processus de fermentation. Les odeurs incommodes forment les riverains du cours d'eau.

III.2.6. Traitement des margines

Jusqu'à nos jours, le traitement des margines constitue un problème complexe vu la qualité et la quantité des substances chimiques qu'elles renferment. En effet, l'application d'un traitement simple s'avère insuffisant et incomplet (Ranalli, 1991 ; Hamdi, 1993).

Plusieurs systèmes d'épuration des margines sont cités dans la littérature. Les procédés de traitement dont nous avons pris connaissance sont nombreux, et il serait difficile de les décrire dans cette synthèse bibliographique. Toutefois, les procédés de traitement envisageables pour l'élimination de la charge polluante des margines peuvent être classés selon trois catégories, et peuvent être utilisés seuls ou combinés :

- Procédés physiques,
- Procédés chimiques,
- Procédés biologiques.

Le choix du système de traitement approprié est lié à plusieurs facteurs locaux, à savoir le système utilisé pour l'extraction d'huile, la possibilité de stockage et le rapport entre la charge produite par les huileries et la population locale (Francesco, 1993).

III.2.6. 1. Procédés physiques

Les procédés de traitement physique des margines sont des opérations de séparation de matières minérales et organiques solubles et insolubles de leur phase aqueuse.

III.2.6.2. Processus thermiques

a) Distillation

La distillation est une opération de transfert de matière ayant pour but de séparer les constituants d'un mélange liquide, homogène ou hétérogène. Elle consiste en l'ébullition d'un mélange liquide suivie de la condensation des vapeurs obtenues, en un liquide « pur » ou en fractions liquides plus ou moins riches en constituants du mélange vaporisé. Elle se base sur la différence de volatilité entre ces constituants. C'est l'une des opérations de séparation les plus employées dans le domaine de l'agroalimentaire, la chimie et de la pétrochimie. La distillation permet de séparer les constituants d'un mélange solide-liquide (S –L) ou liquide – liquide (L –L).

Il existe deux types de distillation :

a.1. Distillation simple**a .2. Distillation fractionnée****a .1. Distillation simple**

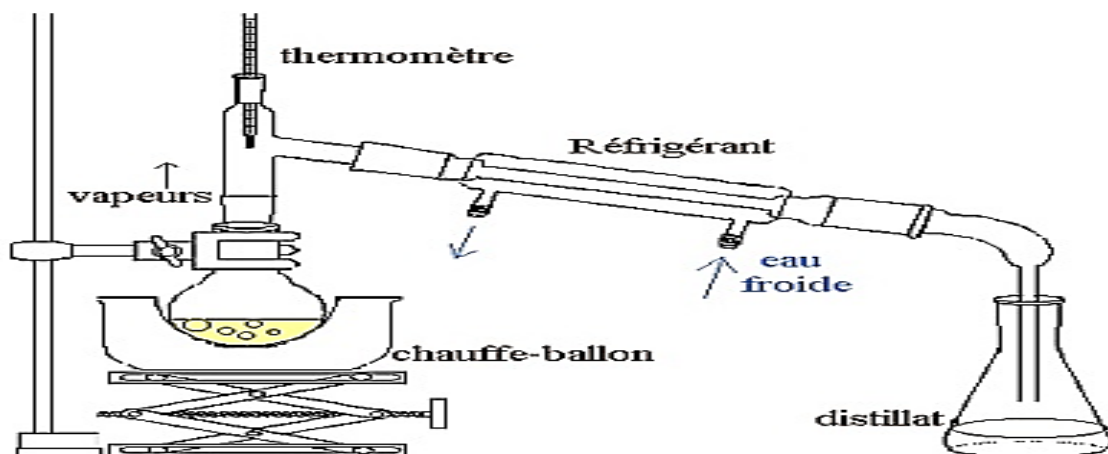
- **Le principe de la distillation est très simple**

On chauffe un mélange de liquides atteindre le point d'ébullition d'un des constituants : le plus volatile s'évaporer le premier et les vapeurs sont recueillies et condensées dans un autre récipient. Pendant que le premier liquide s'évapore (distillat), le deuxième n'atteint pas sa température d'évaporation et reste sous forme liquide dans le contenant initial (résidu).

Elle se résume en deux actions :

- Chauffer un liquide impur ou un mélange de liquides pour les transformer en vapeurs par ébullition.
- Condenser ensuite les vapeurs par refroidissement et isoler les liquides purs.

Tout dépendra donc des températures d'ébullition des produits. Si les températures ne sont pas trop élevées ($T < 120^{\circ}\text{C}$), une distillation sous pression atmosphérique suffit. Par contre, si la température des composés devient trop importante, il faut recourir à un artifice : diminuer la pression. En effet, si la pression diminue, la température d'ébullition d'un liquide diminue aussi.



FigureN°08 : schéma représentant la technique de distillation simple

b) Evaporation**b .1 Evaporation naturelle**

L'évaporation naturelle est tributaire des conditions climatiques. En effet, elle dépend étroitement de la vitesse du vent, du degré d'ensoleillement et de l'humidité de l'air.

Ce procédé consiste à stocker les margines dans des bassins de faibles profondeur (0,7 à 1,5 m). Elles sont ensuite séchées pendant plusieurs semaines, voire plusieurs mois selon les conditions climatiques. Cette méthode simple permet d'éviter le rejet des margines dans les égouts et dans les rivières (Strom, 1989). Durant leur séjour dans les bassins d'évaporation, les margines subissent une autoépuration naturelle par une série de processus de fermentation aérobie et anaérobie. Les agents de cette biodégradation sont surtout des levures qui se trouvent à l'origine dans les olives (Aissamet *al.*, 2002). Les travaux de Cabello et Fiestas Ros de Ursinos (1981) ont montré qu'au cours de ces processus, une série de modifications est observée, elle se manifeste par :

- une faible variation des microorganismes dépendant de la température ambiante et de la profondeur des bassins,
- une diminution de la matière organique n'intervenant que pendant le premier mois du séjour,
- une légère modification du pH.

D'autres critères ont été signalés par Baliceet *al.* (1986), notamment une diminution progressive de la quantité de matières organiques solubles, tels que les tannins. Par contre, la quantité des matières en suspension décroît rapidement durant les deux premiers mois du stockage. Cependant, il s'est avéré que ce système présente plusieurs inconvénients, tels que :

- problèmes d'esthétiques et odeurs nauséabondes,
- faible biodégradation,
- formation d'une pellicule lipidique étanche à la surface qui entrave la pénétration de la lumière et limite l'évaporation naturelle,
- énorme modification du bilan hydrique de la station par une variation de la pluviométrie (Lutwinet *al.* 1996 ; Annakiet *al.* 1999a).

La faible biodégradation est compensée par l'augmentation de la surface des bassins d'évaporation. Cette compensation est traduite par l'occupation de grandes surfaces de terrain qui sont relativement difficiles à aménager dans les zones peuplées.

Ainsi, en essayant d'éviter une pollution hydrique, on risque d'entraîner une pollution atmosphérique par dégagement d'odeurs fétides (Hamdi, 1993).

b.2. Evaporation forcée

Pour pallier les problèmes de l'évaporation naturelle, Fiestas Ros de Ursinos et Borja (1992) ont introduit des panneaux évaporateurs dans les bassins de stockage des margines. Ainsi, elles sont pompées puis projetées par des asperseurs sur les panneaux juxtaposés, ayant une importante surface d'échange d'air. Cette installation permet de faciliter l'évaporation de

la phase aqueuse des margines de 100 à 300 m²/m³ du bassin. Cette technique est basée sur la différence du potentiel hydrique entre les mailles des panneaux et l'eau. La déshydratation des margines est donc plus facile par arrosage sur un élément générateur de la surface exposé au vent. Cette méthode a l'avantage d'utiliser une superficie réduite des bassins d'évaporation et permet de multiplier par 40 à 100 fois la quantité d'eau par m³ occupé du sol. Tandis que, les huiles et les graisses sont récupérées manuellement. Parmi les inconvénients de cette méthode; le dégagement de mauvaises odeurs et l'importance du coût d'énergie dépensée.

b.3. Concentration thermique

Ce procédé physique consiste à une évaporation forcée qui favorise l'élévation du taux de matière sèche des margines à environ 70% (Fiestas Ros de Ursinos et Borja, 1992). Des études d'épuration par ce processus ont été menées par Amirante et Montervino (1996) dans une station pilote dont le débit est de 1 m³.h⁻¹. Ces essais ont confirmé la crédibilité de l'épuration des margines. L'eau distillée séparée avait une DCO moyenne égale à 1500 - 2000 ppm et le concentré obtenu avait une humidité d'environ 50 à 60% et une teneur élevée en carbone, potassium et azote.

c) Séchage

Le procédé décrit par Ranalli (1991) consiste en un séchoir rotatif à axe horizontal qui utilise les noyaux broyés ou les grignons asséchés comme combustible. Le séchage est assuré par les fumées issues de la chambre de combustion. A l'aide d'un ventilateur, ces fumées sont dépoussiérées dans un cyclone puis refoulées vers une cheminée. L'ensemble est séché à environ 100°C. Ce séchage apporte un accroissement d'environ 1% de la teneur en huile. Ce procédé a été également amélioré par d'autres techniques, notamment l'addition de carbonate de sodium (Na₂CO₃) à 6% au mélange (margines + grignons) suivi d'un séchage à fond et d'une extraction de l'huile par l'hexane (Vaccarino *et al.* 1986).

d) Incinération

Ce procédé permet d'évaporer d'abord la phase aqueuse des margines et de brûler ensuite les matières organiques. Ces dernières forment le pouvoir calorifique et cèdent ainsi la chaleur nécessaire à l'incinération. Les margines sont nébulisées à l'aide d'une buse spéciale, et introduites dans un four où elles seront évaporées et le résidu solide sera transformé en cendres avec production de chaleur. L'énergie nécessaire au système est obtenue par combustion de grignon (Ranalli, 1991).

Un système d'incinération a été conçu en 1981 en Italie impliquant la construction d'une usine modulaire pour traiter les margines (Baccioni, 1981). Celles-ci subissent une centrifugation, puis une incinération par des échanges thermiques à haute température s'élevant jusqu'à 750-850°C grâce à la condensation des gaz de combustion.

III.2.6.3. Techniques membranaires

Les margines peuvent être aussi traitées par des techniques membranaires. Ces processus se basent sur l'utilisation de membranes de filtration qui permettent la séparation des substances dissoutes selon la taille des particules et la charge électrique.

a) Ultrafiltration

Ce procédé repose sur la filtration à travers une membrane permettant la rétention de macromolécules de masse moléculaire supérieure à 500. La séparation se fait sous l'effet d'un gradient de pression de 3 à 1 bar. C'est une technique qui est actuellement appliquée à l'échelle industrielle pour le traitement des margines. Les tests d'ultrafiltration ont donné un liquide limpide (Reimers, 1983 ; Renzo et Amirante, 1988 ; Ranalli, 1991).

b) 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 des margines ont été réalisés par cette technique (Reimers, 1983 ; Renzo et Amirante, 1988), les margines obtenues étaient limpides et incolores (Ranalli, 1991).

c) Electrodialyse

L'électrodialyse est un procédé électro-membranaire fondé sur la dissociation des molécules ionisées en les transférant à travers des membranes échangeuses d'ions sous l'effet d'un champ électrique. Cette technique est utilisée pour la récupération des composés phénoliques des margines (Ranalli, 1991), ou pour la réduction de leur contenu en ces composés afin de faciliter le traitement biologique ultérieur (Longhi *et al.* 2001).

L'application de ces processus membranaires présente un certain nombre d'avantages :

- une faible consommation d'énergie,
- un très haut degré de purification par une meilleure réduction via l'ultrafiltration et une diminution quasi-totale de la charge polluante par osmose inverse,

- un rétablissement de matières premières sans qu'elles soient contaminées par des agents chimiques (Buldiniet *al.* 2000),
- possibilité d'associer à l'épuration des margines, la récupération des produits d'intérêt commercial,
- une flexibilité d'exploitation.

Cependant, ces procédés de filtration présentent certains inconvénients tels que :

- insuffisance de perméabilité et entassement des membranes,
- formation d'une couche de polarisation sur la membrane qui se traduit par des difficultés de fonctionnement en continu.
- coûts élevés d'investissements et d'exploitations à cause de la forte teneur des margines en matières en suspension et de la viscosité.

Bien que le problème de traitement des margines soit partiellement résolu par les procédés physiques, certains inconvénients peuvent limiter leur utilisation ; notamment l'apparition d'une forte pollution solide à la fin de cette opération et le coût élevé des installations.

III.2.6.4. Procédés chimiques

Le traitement chimique des margines est réalisé afin de réduire l'intensité de leur coloration (Chamrani, 1994 ; Baliceet *al.* 1997). Il peut être utilisé en tant que prétraitement ou traitement de finition après épuration biologique. Ces techniques sont basées généralement sur les phénomènes de coagulation-floculation ou d'adsorption.

a) Coagulation-floculation

La coagulation est l'une des méthodes les plus efficaces pour éliminer les matières organiques en suspension et colloïdales. Elle consiste à traiter les margines avec des produits tensioactifs ou certains coagulants. Ce type de traitement reste le plus global et certainement le moins coûteux par rapport à la masse de matières éliminées (Castillo-Rivera, 1999). Fiestas Ros de Ursinos (1958) a obtenu des réductions de 35% et de 31% de la matière organique en utilisant respectivement des sels de fer et des sels d'aluminium. La coagulation par la chaux a donné une réduction de la DCO de 40 à 50% (Mendia et Procino, 1964 ; Beccariet *al.*, 1999).

Ce processus peut être utilisé après traitement biologique pour éliminer les matières en suspension et les polluants résiduels (Fiestas Ros de Ursinos et Borja, 1992).

L'inconvénient majeur de ce traitement réside dans le fait qu'on a un simple transfert la pollution de l'état soluble à l'état boueux. En plus, la plupart des composés organiques contenus dans les margines sont difficiles à précipiter.

b) Adsorption

L'adsorbant le plus communément utilisé pour éliminer les polluants organiques des eaux résiduaires est le charbon actif. Cependant, il est non seulement une matière relativement chère, mais après saturation, le coût de régénération pour sa réutilisation est élevé. D'autant plus que l'adsorption sur charbon actif est généralement limitée pour l'élimination des substances non polaires (Diamadopouloset *al.* 1992). Ainsi, d'autres adsorbants organiques et inorganiques de substitution ont été étudiés ces dernières années. Beccariet *al.* (1999) ont montré que le prétraitement des margines par adsorption sur bentonites permet d'obtenir une bonne réduction de la DCO allant jusqu'à 61,6% à pH 6,5.

Oukiliet *al.* (2001) ont utilisé aussi ce processus d'adsorption sur des argiles de Fès. Ils ont obtenu après optimisation du système un taux d'abattement de la DCO de l'ordre de 86%.

Ce même procédé a été réalisé par Al-Malahet *al.* (2000) sur une argile activée (bentonite jordanienne), les pourcentages d'élimination des polyphénols et de la DCO sont de l'ordre de 81% et 71% respectivement. La réalisation de ce procédé à grande échelle rencontre plusieurs difficultés, vu l'importance de la quantité d'argiles utilisée.

Vu la forte charge organique contenue dans les margines, ces procédés chimiques nécessitent généralement l'ajout de grandes quantités de réactifs. Ce qui pose le problème de la production des boues putrescibles et du coût élevé des réactifs.

III.2 .6.5. Procédés biologiques

La biodégradation pourrait être définie comme étant la décomposition de la matière par le biais d'un agent biologique en particulier, les micro-organismes. Ces derniers jouent un rôle très important dans le processus de dépollution et permettent la réduction de la toxicité des éléments polluants engendrés par l'activité naturelle ou humaine (Ranalli, 1991a).

La dégradation biologique à l'opposé des procédés physico-chimiques est considérée comme une méthode plus saine, efficace et moins coûteuse pour la réduction des polluants (Hamdi, 1993a ; Hamdi, 1993c).

a) Traitement anaérobie des margines

La fermentation anaérobie peut être utilisée comme un moyen de traitement et d'exploitation des margines (Antonacci *et al.*, 1981 ; Fiestas Ros de Ursinos *et al.*, 1982 ; Vaccarino *et al.*, 1986 ; Hamdi et Garcia, 1991 ; Martin *et al.*, 1991, 1994 ; Hamdi et Garcia, 1993 ; Hamdi et Ellouz, 1993 ; Borja *et al.*, 1993, 1994a, 1994b, 1995c ; Beccari *et al.*, 1996, 1998, 1999, 2000 ; Ergüder *et al.*, 2000 ; Fountoulakis *et al.*, 2002). En effet, la digestion anaérobie des margines offre des avantages significatifs en matière de réduction de la consommation d'énergie et de la production de boues. De plus, elle a révélé des performances élevées en comparaison avec le traitement anaérobie d'autres rejets industriels agroalimentaires (Anderson *et al.*, 1977). Parmi les avantages de ce type de traitement :

- les bactéries anaérobies ont la capacité de transformer en méthane la plupart des substances organiques présentes,
- la demande de nutriments est faible,
- les mauvaises odeurs ne sont pas émises.

Selon Martin *et al.* (1991), la digestion anaérobie est performante, elle permet une réduction de la DCO de l'ordre de 70% à 85%. Son rendement est proportionnel à la concentration des micro-organismes et varie largement avec la nature du support (montmorillonite ou sepiolite) (Martin *et al.*, 1991). Di Gioia *et al.* (2001b) ont montré que la co-culture des deux bactéries *Ralstoniaspet Pseudomonas putidaen* anaérobiose a permis la dégradation de 7 parmi 9 composés aromatiques monocycliques présents dans les margines.

Le problème majeur rencontré lors du traitement anaérobie des margines par la majorité des chercheurs est le démarrage de leurs digesteurs. En effet, la stabilité de ces derniers est très longue si les margines sont très concentrées. Ces problèmes pourraient être épargnés en diluant les margines et en ajoutant l'urée comme source d'azote (Hamdi, 1993a ; Boari *et al.*, 1984).

Le traitement anaérobie des margines comprend plusieurs procédés tels que les digesteurs contact anaérobies, le lit de boues à flux ascendant (Upflow Anaérobie SludgeBlanked - UASB) et les lit de boues à filtre anaérobie.

- **Les Digesteurs contact**

Ils peuvent également être définis comme les boues activées anaérobies. Ils ont été testés par plusieurs auteurs (Antonacci *et al.*, 1981 ; Fiestas Ros de Ursinos *et al.*, 1982 ; Aveni, 1984). Un abattement important de la matière organique (80-85% de DCO) a été obtenu lors du traitement des margines dans une installation pilote pour un temps de rétention de 20-25 jours (Martin *et al.*, 1991). La production de méthane a été de 60-70%. L'efficacité de ce

système est variable. Les résultats non satisfaisants sont dus à l'agitation mécanique excessive de la matière organique introduite dans le digesteur. Ce qui favorise le développement d'une flore acétogène à la place des bactéries méthanogènes (Boariet *al.*, 1984 ; Hamdi et Garcia, 1991).

- **Lit de boues à flux ascendant (UASB)**

Ce processus a été développé pour la première fois en Hollande (Lettinga *et al.*, 1980). Puisque la pollution contenue dans les margines est principalement soluble et colloïdale (90%), ce procédé UASB a donné de meilleurs résultats par rapport aux autres procédés anaérobies (Boariet *al.*, 1984). Le problème principal rencontré était la formation de mousse liée à la surcharge organique des margines pendant le démarrage. Ce problème a été résolu par dilution de margines et augmentation de la teneur en azote (DCO/N de 170/1).

- **Lit de boues à filtre anaérobie**

Le principe de ce traitement est la tendance des micro-organismes anaérobies à se fixer aux matériaux inertes en suspension (le sable, le carbone en poudre, les silicates...). Ce qui permet d'éviter la perte de micro-organismes qui peuvent atteindre des temps de résidence élevés. Ainsi, l'épuration est réalisée grâce à la forte concentration en bactéries.

Les rendements de la production du méthane obtenus avec les filtres anaérobies traitant les margines ont été très proches des valeurs théoriques (Rigoni-Stern *et al.*, 1988). En effet, la méthanisation par le filtre anaérobie permet un démarrage plus court et une meilleure stabilité que celle du processus contact-anaérobie (Hamdi et Garcia, 1991).

Malheureusement, les résultats du traitement anaérobie restent toujours non satisfaisants, puisque une fraction considérable de composés phénoliques persiste dans l'effluent traité (Borjaet *al.*, 1995b ; Beccariet *al.*, 1996, 1998). Cette digestion anaérobie peut être inhibée par les acides gras à chaîne longue, notamment l'acide oléique (Koster et Cramer, 1980). De même, à partir d'une concentration de 100 mg. l⁻¹ d'acide phénolique dans les margines, les bactéries méthanogènes sont inhibées (Hamdi *et al.*, 1991b).

b) Traitement aérobie des margines

Plusieurs études ont été réalisées sur le traitement aérobie des margines, par des cultures pures de micro-organismes tels que *Aspergillus niger*, *Azotobacterchroococcum*, *Azotobacter vinelandii*, *Aspergillusterreus*, *Phanerochaetechrysosporium* et *Pleurotusostreatus* (Hamdi *et al.*, 1991b, 1991c ; Sayadi et Ellouz, 1992, 1993, 1995 ; Martirani *et al.*, 1996 ; Sayadi *et al.*, 1996, 2000 ; Fiorelli *et al.*, 1996 ; Ehaliotis *et al.*, 1999 ; Gharsallah *et al.*, 1999 ; Kahraman et Yesilada, 1999 ; Piperidou *et al.*, 2000 ; Garcia Garcia *et al.*, 2000 ; Kissi *et al.*, 2001 ; Pozo *et al.*, 2002 ; GarridoHoyos *et al.*, 2002 ; Fountoulakis *et al.*,

2002). Les tests de toxicité réalisés sur les microtox et sur la germination de quelques plantes ont montré une diminution de la toxicité des margines traitées par ces micro-organismes (Hamdinet *al.*, 1993b ; Martirani *et al.*, 1996 ; Ehaliotiset *al.*, 1999 ; Kissiet *al.*, 2001).

D'autres travaux ont prouvé l'efficacité du traitement aérobie par des cultures mixtes. Une dégradation considérable de deux composés phénoliques les plus représentatifs dans les margines (tyrosol et l'acide caféique) a été obtenue en utilisant les micro-organismes isolés des margines (Borjaet *al.*, 1995cSaiz-Jiménez *et al.* (1986) ont étudié le traitement aérobie des margines, et ils ont beaucoup insisté sur le problème de l'inhibition posé par les composés phénoliques. Ainsi, Baliceet *al.* (1988) ont recommandé la dilution de l'effluent 70 fois avec de l'eau de robinet lors du traitement avec les boues activées. Durant ce traitement, un mélange de microorganismes à l'état de floculation est soumis en culture dans les margines. Les floes sont généralement composés de bactéries et de protozoaires dont les ciliés jouent un rôle important.

Hamdinet *al.* (1991b, 1991c) ont étudié le prétraitement des margines par *Aspergillus niger* afin de réduire leur effet inhibiteur vis-à-vis des bactéries méthanogènes. Des taux d'abattement de 60% et de 58% pour la DCO et les composés phénoliques ont été enregistrés respectivement. Les margines prétraitées ont subi ensuite une digestion anaérobie.

Martinez *et al.* (1992) ont également étudié la dégradation aérobie des composés phénoliques par *Aspergillus terreus* sur des margines filtrées, stérilisées et diluées à différentes concentrations. Cette étude a montré que l'efficacité du traitement par cette souche diminue lorsque les margines sont de plus en plus concentrées. GarridoHoyos *et al.* (2002) ont obtenu une élimination de 65,77% de la DCO des margines traitées en aérobie avec la même souche.

Sayadi et Ellouz (1992, 1993, 1995) ont étudié la possibilité de traiter les margines en aérobie avec un champignon *Phanerochaete chrysosporium*. Comme les margines présentent un déficit notamment en matière azotée, ces auteurs ont procédé à l'ajout des nutriments. Après optimisation du milieu de culture (margines), cette étude a révélé que l'ajout du veratryl alcool induit l'activation du système ligninolytique qui joue un rôle principal dans la dégradation des composés phénoliques des margines. Par conséquent, ils ont obtenu environ 74% de décoloration des margines.

La biodégradabilité des margines par *Funalia troglodytes* permet d'éliminer 70% de la DCO et 93% des phénols, alors que *Coriolus versicolor* permet une réduction de 63% de la DCO et 90% des phénols pour une DCO initiale de 28,20 g d'O₂.l⁻¹ (Yesilada *et al.*, 1995, 1998).

Vinciguerra *et al.* (1995) ont étudié le traitement aérobie des margines par *Leutinus edodes*. Un taux d'élimination de 75% du carbone organique total (COT), une réduction de 66% des phénols totaux et une décoloration de l'ordre de 45% après 4 jours d'incubation ont été enregistrés.

Le traitement par des consortiums de bactéries aérobies obtenus par enrichissement sur les margines a permis la dégradation des composés mono-aromatiques des margines non diluées. Neuf de ces souches bactériennes ont été isolées et testées pour leur croissance et leur capacité de dégradation des composés aromatiques. Différentes combinaisons donnent une réduction de 50% de la DCO initiale, et une dégradation de presque tous les composés aromatiques simples (Zouari et Ellouz, 1996).

Robles *et al.* (2000) ont isolé à partir des margines des souches de *Penicillium sp.* capables de dégrader les polyphénols et de produire la biomasse à partir des margines brutes (DCO : 120 g d'O₂.l⁻¹). Les résultats enregistrent un taux de réduction de la DCO qui se situent entre 61,82% et 74,75%.

La co-culture des souches de bactéries *Ralstonia sp.* et *Pseudomonas putida* a révélé leur capacité de dégrader en conditions aérobies les composés aromatiques monocycliques présents dans les margines (Di Gioia *et al.*, 2001a ; Bertin *et al.*, 2001).

Au Maroc, le traitement aérobie des margines à pH neutre par les micro-organismes du sol a permis d'éliminer 70% des composés phénoliques et de réduire 63% de la DCO initiale (Zenjari *et al.*, 1999). Kissi *et al.* (2001) ont montré l'efficacité du traitement aérobie des margines par *Phanerochaete chrysosporium*. Les résultats de cette étude ont révélé des taux d'abattement de la DCO et des polyphénols de l'ordre de 73% et 83% respectivement après 12 jours d'incubation pour une DCO initiale de 50 g d'O₂.l⁻¹. Une élimination de la DCO de l'ordre de 55%, 52,5% et 62,8% a été obtenue avec des margines traitées en aérobie par *Geotrichum sp.*, *Aspergillus sp.* et *Candida tropicalis* respectivement (Fadilet *et al.*, 2003).

L'inconvénient majeur du traitement aérobie est la consommation excessive d'oxygène. En général, le traitement des margines par l'application seule des procédés biologiques a donné des résultats insuffisants (Ranalli, 1991a). Ceci est dû en grande partie à la présence de fortes charges organiques polluantes représentées particulièrement par les composés phénoliques. Ces composés constituent des inhibiteurs de la flore microbienne responsable de la biodégradation (Borja *et al.*, 1994a ; Beccari *et al.*, 1996 ; Yesilada et Sam, 1998). Le traitement biologique des margines en plusieurs étapes s'avère nécessaire pour obtenir un meilleur rendement épuratoire (Ranalli, 1991a, 1992 ; Hamdi, 1993a).

III.2.6.6. Procédés combinés

Les margines ne peuvent être traitées par un simple procédé biologique, physique ou chimique. Une série de traitements s'avère nécessaire pour réduire la forte concentration en DCO et la toxicité de ces effluents. Les procédés combinés les plus importants sont les suivants :

a) Procédé physique en série

Un procédé de traitement des margines par ultrafiltration et osmose inverse a été développé et breveté par Cova (1988) selon la récente législation Italienne. Les margines sont d'abord rassemblées dans de grands bassins de stockage. Après avoir éliminé les gros éléments solides, l'eau subit une ultrafiltration pour la séparation complète des particules solides de la fraction colloïdale et des molécules organiques ayant un haut poids moléculaire. Les eaux sont ensuite partiellement épurées et leur DCO est réduite de 50 à 75%. Ensuite, les eaux sont traitées par des résines échangeuses d'ions qui absorbent les composés phénoliques présents dans la solution concentrée. A la dernière étape du traitement, l'eau est soumise à une session d'osmose inverse pour avoir une eau parfaitement purifiée et décolorée. Ce procédé permet d'obtenir 70% d'eau traitée, 27% de concentré solide et 3% d'une solution concentrée de polyphénols. Cette solution pourrait être utilisée comme colorant ou comme antioxydant naturel.

b) Procédés physiques et biologiques

Ce type de traitement a été exclusivement développé en Italie durant les années quatre-vingt.

Dans la majorité des cas, les procédés de traitement biologique par boues activées ou par les champignons sont toujours appliqués dans la phase liquide récupérée après traitement physique comme la distillation, la concentration, la filtration ou l'ultrafiltration.

c) Procédé biologique et physico-chimique

Plusieurs procédés appliqués dans différentes installations de traitement des margines ont été décrits par Ranalli (1991a, 1991b). Parmi lesquels, nous citons celui de Ranalli :

Procédé Ranalli: il est basé sur l'emploi de souches microbiennes sélectionnées (Ranalli, 1989). Après neutralisation du pH, les margines subissent une correction du rapport C/N/P afin d'avoir un rapport final de 100/10/2. Ensuite, les composés phénoliques sont oxydés par l'acide Caro pour réduire la DCO. Les margines sont filtrées pour éliminer leurs matières en suspension et leurs émulsions huileuses. Le traitement biologique est effectué par une culture appelée SNKD contenant 83 souches microbiennes. La flore prédominante appartient aux

genres *Azotomonas*, *Bacillus*, *Bacterium*, *Candida*, *Cladosporium*, *Clostridium*, *Endomycopsis*, *Nocardia*, *Pseudomonas*, *Saccharomyces*, *Streptomyces* et *Basidiomycètes*. Le traitement par cette culture mixte révèle un taux de réduction de 83% pour une DCO initiale de 43 g d'O₂.l⁻¹ après 14 jours d'incubation.

d) Procédé physico-chimique

Oukiliet *al.* (2001) ont mis au point un procédé de traitement physico-chimique des margines par technique d'adsorption et d'oxydation. Ce procédé consiste à ajouter 7% de sol argileux et 0,5% de peroxyde d'oxygène. Après 24 heures de contact, l'effluent obtenu est de couleur jaune pâle, avec des taux d'abattement de 87% des polyphénols et de 66% de la DCO.

Le traitement des margines par incinération ou distillation est efficace mais onéreux. Le coût du traitement par boues activées est 5 fois plus élevé que celui par digestion anaérobie, en raison de la consommation élevée d'énergie mécanique.

III.2.7. Valorisation des margines

Parallèlement aux recherches réalisées sur le traitement des margines, des études de valorisation ont été effectuées. Les margines sont riches en éléments nutritifs minéraux et organiques. Ce critère a amené les chercheurs à mettre au point de nombreux procédés de valorisation et d'exploitation des margines aussi bien à l'échelle de laboratoire qu'à l'échelle pilote (Fiestas Ros de Ursinos, 1981). Cette valorisation a pour objectif l'élimination des composés phénoliques d'une part et l'utilisation des margines dans les domaines de la biotechnologie, de la chimie et de l'agriculture d'autre part (Levis-Menziet *al.*, 1992).

❖ Production de biogaz

L'application du processus de la digestion anaérobie aux margines permet de transformer environ 80% des substances organiques en biogaz (65 à 70% de méthane). Ainsi, la fermentation méthanique permet la dépollution des margines tout en produisant de l'énergie (Nefzaoui, 1987 ; Loulan et Thelier, 1987).

La production de biogaz par digestion anaérobie des margines a été étudiée par Mouncef *et al.* (1993b). La réduction de la DCO et le taux de biogaz produit ont atteint respectivement 42% et 207 l.kg⁻¹ de matière organique digérée. Ergüderet *al.* (2000) ont montré que le traitement anaérobie d'un litre de margines permet un rendement élevé de l'ordre de 85,4 à 93,4% et une production de 57,1 l ($\pm 1,5$) de gaz méthanique.

❖ Compostage des margines

Les margines peuvent être utilisées pour obtenir un compost fertilisant pour les sols (Papadimitriou *et al.*, 1997). Le compostage des margines a été réalisé traditionnellement en Espagne dans des bassins d'évaporation (Fiestas Ros de Ursinos, 1981 ; Fiestas Ros de Ursinos et Borja, 1992). La technique consiste à ajouter aux margines toutes sortes de résidus secs, agricoles ou forestiers, et le mélange subit une fermentation aérobie-anaérobie. Ensuite, un séchage partiel et un conditionnement sous forme de pellette sont effectués. Le produit ainsi obtenu est utilisé comme engrais. L'avantage du compost formé à partir des margines est l'absence des micro-organismes pathogènes avec des concentrations élevées en phosphore et en potassium contrairement aux résidus solides urbains. Tomati et Galli (1992) ; Galli *et al.* (1994) ont mis en œuvre un procédé permettant la biotransformation des margines en engrais.

Les margines sont mélangées avec la paille de blé, et compostées sous aération forcée. Piperidou *et al.* (2000) ont développé un système de biofertilisation qui exploite la capacité de la souche *Azotobacter vinelandii* à croître sur les margines et à les transformer en un liquide organique fertilisant. Des taux de rendement élevés de l'ordre de 90-96% ont été obtenus après 3-7 jours de traitement respectivement.

Capasso *et al.* (2002b) ont extrait à partir des margines des polymères contenant des ions minéraux et ont testé leur effet sur la croissance des tomates. Les résultats ont révélé que les polymères solubles et leurs dérivés ont un effet toxique et la plante se fane et se dessèche après quelques jours. Zenjari (2000) a étudié un procédé de compostage en mélangeant les margines avec les déchets celluloseux (la paille). Le compost obtenu est stable et riche en substances humiques, avec une réduction de 50% et 95% de la DCO et des phénols totaux respectivement.

❖ Production des protéines d'organismes unicellulaires (POU)

Grâce à leur richesse en matières organiques, les margines représentent un substrat nutritif pour la production des POU qui peuvent être transformées en fourrage. Yazsioglu *et al.* (1978) ont prouvé que de nombreux micro-organismes donnent des taux en protéines non négligeables sur les margines.

Fiestas Ros De Ursinos (1961, 1966, 1981) a étudié la croissance de *Torulopsis utilis* sur les margines à l'échelle industrielle en vue de produire des POU. Il a démontré que cette levure est capable d'assimiler une grande variété de composés renfermant du carbone et de l'azote. De ce fait, ce type de traitement permet non seulement une production des POU mais aussi une réduction considérable des substances organiques initiales.

La culture aérobie de levures sur les margines pour la production des POU a été testée en raison de la facilité de leur culture et de leur teneur élevée en protéines. *Saccharomyces cerevisiae* 30 Loulan et Thelier, 1987 Gharsallah (1993) a étudié la production des POU sur les margines par trois souches de levures *Candida krusei*, *Saccharomyces chevalieriet* et *Saccharomyces rouxii*. Une concentration en protéines de 3,35 g.l-1 et un rendement de 0,45 g de biomasse par g de glucose sont obtenus par *Saccharomyces rouxii*.

Florenzano et Balloni (1983) ont utilisé les margines comme substrat pour la croissance de *Candida utilis* avec une production de levures contenant 40% des protéines, *Candida tropicalis*, des bactéries photosynthétiques (*Rhodospirillum rubrum*) et des cyanobactéries.

Les champignons *Aspergillus sp.* et *Geotrichum candidum* ont été également testés (Vaccarino *et al.*, 1986). Les résultats ont révélé que la biomasse obtenue est très digestible, présentant une teneur en protéine brute de l'ordre de 30% potentiellement utilisable pour l'alimentation des ruminants.

Parmi les germes utilisés pour la production des POU, les champignons semblent les meilleurs (Gharsallah, 1993). La synthèse des protéines est limitée chez les levures à cause de la fixation des composés phénoliques sur la biomasse (Amat *et al.*, 1986).

❖ Production d'enzymes

Les margines peuvent servir aussi comme milieu favorable pour la production d'enzymes par des micro-organismes. La culture de *Cryptococcus albidus* sur les margines pendant 48 heures élimine un taux important de la matière organique tout en produisant de la biomasse et des enzymes (13 UV.ml-1). Cette production peut atteindre 29,5 UV.ml-1 si on élimine les polyphénols par floculation-clarification (Francesco, 1993). L'addition de 2 litres d'une solution de ces enzymes concentrées par ultrafiltration (90 UV/ml) pendant un cycle de broyage augmente le rendement de l'huile de 84,3 à 90,7% (Petruccioli *et al.*, 1988).

La production de l'enzyme laccase par la culture de deux champignons *Coriolus versicolor* et *Funaria troglodytes* sur les margines a été étudiée (Kahraman et Yesilada, 2001).

Cette étude a montré que l'addition des tiges du coton augmente significativement l'activité laccase (phénol oxydase).

❖ Epandage (fertilisation des terres agricoles)

La valorisation des margines par épandage a été largement étudiée par plusieurs auteurs (Morisot, 1979 ; Morisot et Tournier, 1986 ; Pérez *et al.*, 1986 ; Saiz-Jemenez *et al.*, 1987 ; Lombardo *et al.*, 1988 ; Ranalli, 1991a ; Levis-Menziet *et al.*, 1992 ; Tomati et Galli, 1992).

Les margines peuvent être utilisées dans l'irrigation en raison de leur richesse en eau et en minéraux nutritifs (Fiestas Ros de Ursinos, 1986). Un mètre cube de margines apporte 3,5 à 11 kg de K₂O; 0,6 à 2 kg de P₂O₅ et 0,15 à 0,5 kg de MgO par hectare de terrain irrigué.

Cependant, cette technique présente certains inconvénients :

- Problèmes du stockage vu que la période oléicole coïncide avec la période pluviale (Ranalli, 1991a).
- Colmatage du sol (Proiettiet *al.*, 1988 ; Ranalli, 1991a)
- L'acidité et la salinité élevées peuvent provoquer des brûlures sur les plantes (Morisot, 1979 ; Sierra *et al.*, 1994).
- Contamination des eaux souterraines (Fiestas ros de Ursinos, 1977 ; Ranalli, 1991a).
- Inhibition de la germination due à l'effet phytotoxique exercé par les composés phénoliques sur les plantes (Morisot, 1979 ; Pérez *et al.*, 1980, 1986 ; Ranalli, 1991a ; Ehaliotiset *al.*, 1999 ; Casa *et al.*, 2003).
- Modification de la composition de la flore du sol (Parades *et al.*, 1986 ; Pérez *et al.*, 1987, 1992).
- Modification des caractéristiques physico-chimiques du sol (Proiettiet *al.*, 1988 ; Sierra *et al.*, 2001 ; Zenjari et Nejmeddine, 2001).
- Coût élevé de transfert des margines des huileries vers les terres agricoles.

Quoique le potassium et le phosphore contenus dans les margines puissent remplacer ceux des engrais chimiques, l'acidité, la forte salinité et la haute conductivité, ainsi que le contenu en composés phénoliques sont à l'origine d'une limitation de toute utilisation efficace des margines comme fertilisant.

Pour résoudre partiellement ce problème, Buldinet *al.* (2000) ont développé une méthode automatique pour la détermination et la récupération des anions inorganiques totaux présents dans les margines après 10 minutes. Cette technique repose sur l'utilisation de la dialyse couplée à la chromatographie d'échange ionique sans l'addition de réactifs qui risquent d'infecter les quantités d'anions solubles

❖ Utilisation en alimentation animale

Les margines ont été utilisées directement comme aliment pour le bétail (Ercoli et Ertola, 1983). Cependant, cette pratique reste à risque, en raison des taux élevés en sodium et en composés phénoliques pouvant engendrer un effet antitrypsique. De même, elles ont été fournies aux volailles à la place de l'eau potable (Fedeli, 1977). Cette expérience a montré qu'il y avait un léger abaissement du taux de mortalité de ces animaux.

L'apport des margines déshydratées a provoqué des diarrhées chez les ruminants (Salvemini et Cera, 1984 ; Salvemini, 1985). Le procédé Dalmolive décrit par Martilotti (1993) semble remédier au problème. Il consiste à mélanger 50 kg de margines avec 20 kg de grignons et 12,6 kg de divers résidus et sous produits agricoles pour réduire l'effet inhibiteur des composés phénoliques. Ceci produit 29 kg d'aliments en pellettes dont la composition est indiquée dans le tableau 07.

Tableau N°07 : Composition chimique de la pâte des margines obtenue par le procédé Dalmolive (Martilotti, 1993).

| Composant | Valeur (% de la matière sèche totale) |
|----------------------------------|---------------------------------------|
| Matière azotée totale | 21,6 |
| Matière grasse | 4,0 |
| Cellulose brute | 13 ,1 |
| Matière minérale | 8,9 |
| Extrait non azoté | 52,5 |
| Matière azotée digestible | 17,2 |

Malgré les multiples procédés testés pour le traitement et la valorisation des margines, seulement quelques-uns sont appliqués à l'échelle industrielle en raison du coût élevé des installations. En plus, les résultats obtenus montrent pour la plupart des procédés, que le coût et l'énergie consommée étaient trop élevés par rapport au rendement d'épuration obtenu. Ceci est lié essentiellement à la grande quantité des margines produites annuellement et à leur forte et complexe charge polluante.

❖ Utilisation en cosmétologie et pharmacologie

Les composés phénoliques ont un grand intérêt en cosmétologie, leur intérêt est lié aux propriétés antioxydant, leur pouvoir anti-inflammatoire, effet antimicrobien et l'intervention sur l'activité de nombreuses enzymes.

Ils permettent de lutter contre le vieillissement cutané en tant que molécule anti-radicalaire et en tant que protecteur des protéines de la peau comme l'élastine et le collagène.

Le seul frein de l'utilisation des composés phénolique en cosmétologie est leur forte réactivité à l'oxydation et leurs instabilités dans les formulations cosmétiques conduisant ainsi à la variation possible de l'odeur et de la couleur.

Une crème hydratante fait partie des produits cosmétiques qui hydrate la peau et empêche sa déshydratation en reconstituant le film hydrolipidique qui est la protection naturelle de la peau. Le film hydrolipidique qui recouvre la peau est un mélange de sébum qui est une substance grasse et de la sueur. Une crème hydratante a alors une composition inspirée de celle du film hydrolipidique.

A decorative border in a light blue color, resembling a scroll or a ribbon, frames the central text. It has rounded corners and small circular motifs at the top and bottom edges.

Chapitre IV

Matérielles et méthodes

IV.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la représentation du matériel et méthodes utilisées dans notre partie expérimentale. L'étude expérimentale de notre travail a été réalisée dans le laboratoire de Biologie Animale/Biologie Végétale du département des sciences biologiques et des sciences agronomiques.

IV.2. Prélèvement de l'échantillon

La margine ayant fait l'objet de cette étude provient de la trituration des olives de variété CHEMLAL récoltée au cours de la saison oléicole 2021-2022. La margine a été collectée du bassin de séparation liquide-huile d'une huilerie d'olive industrielle fonctionnant avec un système continu à trois phase, situé dans la région de Beni Douala (17 km au sud-est de tizi Ouzou). Elle a été conservée à température ambiante.



FigureN°09 : la margine (Original 2022)

IV.3. Distillation

La distillation est un procédé de séparation de mélange de substances liquides dont les températures d'ébullition sont différentes. Elle permet de séparer les constituants d'un mélange homogène. Sous l'effet de la chaleur ou d'une faible pression, les substances se vaporisent successivement, et la vapeur obtenue est liquéfiée pour donner le distillat. (**Figure 10**)



Figure N°10 : le distillateur (original 2022).

IV.3.1. Procédure de distillation

Mode opératoire

Le mélange placé dans le ballon est chauffé jusqu'à ébullition. L'eau qu'il contient est alors vaporisée tandis que les composés dissous restent. La vapeur d'eau traverse en suite un réfrigérant. A son contact la vapeur d'eau se refroidit et se liquéfie pour former des gouttelettes qui coulent et forment le distillat par condensation.

IV.3.2. Détermination du pH du distillat

Le pH a été mesuré à l'aide d'un pH mètre.

Mode opératoire

- ✓ Placé un volume de distillat dans un bécher.
- ✓ Procéder à la détermination de pH en prenant soin que l'électrode soit complètement immergée dans la solution.

La valeur du pH est lue directement sur le pH-mètre.



FigureN°11 : Le pH mètre (original 2022).

IV. 3.3. Détermination de l'acidité titrable du distillat

L'acidité titrable est une quantité totale d'acide dans la solution déterminée par le titrage en utilisant une solution standard d'hydroxyde de sodium(titrant).

Mode opératoire

Dans un bécher de 100 ml, est introduit à l'aide d'une pipette 10 ml de l'échantillon (distillat) auquel est ajouté 3 à 4 gouttes de la phénolphtaléine, le tout est titré par une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1N jusqu' à apparition du virage rose stable.

Lecture des résultats

L'acidité titrable, exprimée en degré Dornic (°D).



FigureN0 12 : mesure du taux d'acidité titrable du distillat

IV.3.4. Détermination de la matière grasse du distillat

Le matériel

- ✓ Butyromètres gradués avec bouchons adéquats
- ✓ Pipettes
- ✓ Centrifugeuse de type Funk Gerber

Les produits

- ✓ Acide sulfurique (91%)
- ✓ Alcool isoamylique



FigureN°13 : La centrifugeuse (originale 2022).

Mode opératoire

Nous avons pris 10 ml d'acide sulfurique (91%), nous lui avons rajouté 11 ml de distilla et 1ml d'alcool isoamylique.

Nous avons mis les tubes dans la centrifugeuse et nous les avons laissés pendant 5 min à l'intérieur.

Lecture des résultats

Nous avons enlevé le butyromètre de la centrifugeuse, le bouchon étant toujours dirigé vers le bas, et nous avons ajuster soigneusement celui-ci pour amener l'extrémité inférieur de la colonne grasse avec le minimum de mouvement de cette colonne.

La lecture se fait directement sur les graduations du butyromètre.



FigureN°14 : le butyromètre (original 2022).

IV.4. Extraction des polyphénols

Principe

Le principe de détermination consiste à oxyder l'ensemble des composés phénoliques par le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique et d'acidphosphomolybdique qui est réduit, lors de l'oxydation des substances phénoliques, en mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène.

L'intensité de la coloration est proportionnelle à la quantité des composés phénoliques présents dans l'échantillon.

Matérielle et méthodes

- ✓ Pipete pasteur.
- ✓ Fiole jaugées
- ✓ Eprouvette graduée.
- ✓ Aluminium
- ✓ Verre de montre
- ✓ Bécher
- ✓ Entonnoir
- ✓ Balance de précision
- ✓ Agitateur magnétique
- ✓ Tubes à essai
- ✓ Erlenmeyer

- ✓ Bain marie
- ✓ Spectrophotomètre



Figure N°15 : Matériels utilisés pour la détermination du taux de polyphénols totaux du distillat (original 2022).

Mode opératoire

Pour réaliser cette manipulation nous avons utilisé les réactifs suivants :

VI.4.1. Préparation de réactif de Folin-Ciocalteu

A l'aide d'une pipette nous avons prélevé 5 ml de F-C dans une fiole de 50 ml.



Figure N°16 : lors de la préparation de réactif de F-C (original 2022) .

Nous avons rajouté de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et nous l'avons couvert avec du papier aluminium pour qu'elle ne s'oxyde pas.

VI.4.2. Préparation du méthanol

Nous avons versé 80 ml de Méthanol dans une éprouvette graduée de 100 ml et nous avons rajouté 20 ml d'eau distillée puis nous l'avons couvert avec du papier d'aluminium.

VI.4.3 - Préparation de la solution de carbonate de sodium

Nous avons Pèse 10g de carbonate de sodium dans un verre de montre et on dispose dans une fiole de 50ml à l'aide d'un entonnoir, nous avons rajouté de l'eau distillée jusqu' au trait de jauge.

VI.4.4 Préparation de l'acide gallique

A l'aide d'une balance de précision nous avons pesé 0,5 g d'acide gallique, que nous avons mis dans une fiole de 1L, nous avons rajouté de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et nous l'avons couvert avec l'aluminium, puis nous l'avons mis sur un agitateur pendant 1 heure.

Nous avons préparé 3 solutions filles de concentration 0,6 – 0,12 – 0,2 à partir d'une solution mère d'acide gallique à 0,5 g/L.

Nous avons mélangé 0,5 ml de chaque solution fille avec 2,5 ml de réactif de F-C dans des tubes à essai et nous les avons laissées en contact 1 min puis nous avons rajouté 2 ml de Na₂CO₃.

TableauN°08 : les réactifs utilisés

| Nom chimique | Formule brute | Pureté | Provenance |
|---------------------|--|--------|----------------|
| Folin-Ciocalteu | / | / | SIGMA-ALDRICHE |
| Méthanol | CH ₂ OH | 99,8% | SIGMA-ALDRICHE |
| Acide gallique | C ₇ H ₆ O ₅ | / | / |
| Carbonate de sodium | Na ₂ CO ₃ | 99,5% | LAB-HONYWELL |

Mode opératoire

Nous avons pesé 3 échantillons de 1 g du distillat dans un verre de montre à l'aide d'une balance de précision.

Nous avons mis le liquide dans un erlenmeyer à l'aide d'un entonnoir.

Nous avons rajouté à chacun 30 ml de méthanol dilué que nous avons déjà préparé.

Nous avons mis les 3 échantillons sous agitation pendant 2 heures sur un agitateur magnétique.

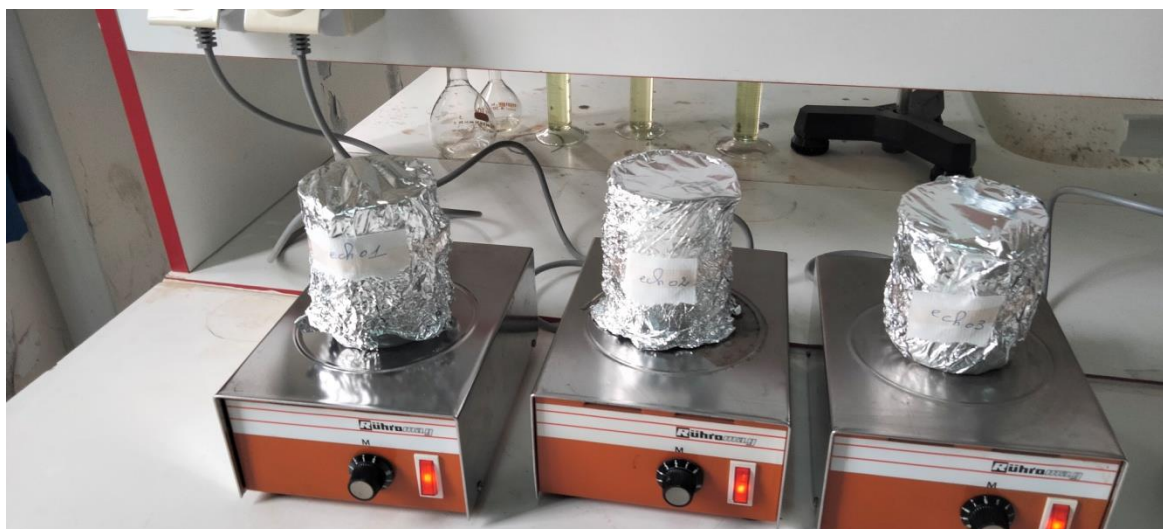


Figure N° 17 : agitation des échantillons (photo original 2022).

IV.4.5. Analyse des polyphénols

Le dosage des polyphénols a été réalisé selon la méthode de Folin.

Nous avons rajouté à chaque échantillon 0,5 ml de réactif de F-C dans des tubes à essai et on laisse en contact 1min.

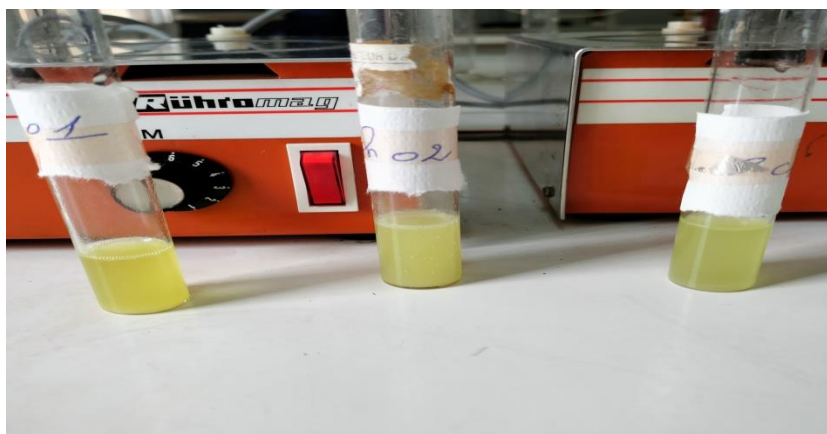


Figure N°18 : échantillon après l'agitation (photos original 2022)

Nous avons mis les tubes à essai dans un bain marie pendant 5 min a une température de 50°C.

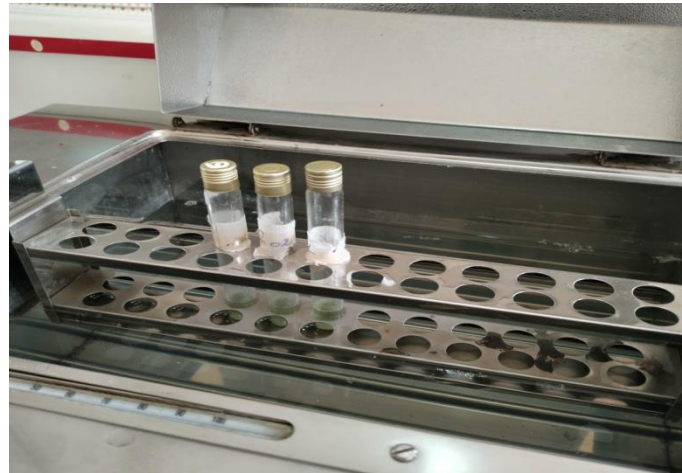


Figure N° 19 : incubation bain-marie (original 2022).

Ensuite nous avons mesuré l'absorbance de chaque échantillon à 760nm. La lecture des absorbances est faite sur un spectrophotomètre.



Figure N°20 : échantillons avant la mise au spectrophotomètre (photo original 2022).

Le pourcentage en polyphénols est calculé selon l'équation suivante :

$$\% \text{phénols totaux} = [(C * V) / (1000 * m)] * 100.$$

C : concentration en équivalent acide Gallique gr/l.

V : volume de la solution 0.5ml.

m : poids de l'échantillon à l'état frais.

IV.5. Réalisation d'une crème hydratante à base de distillat de margines

Au vu de la richesse de notre distillat en composés phénoliques, nous avons entrepris d'élaborer une crème hydratante à base de distillat de margine.

Ce sera selon la littérature la première fois que le distillat de margines sera utilisé en cosmétologie.

Les matières premières

- ✓ Hydrolat (Distillat de margine)
- ✓ Glycérine
- ✓ Beurre de karité
- ✓ Cire d'abeille
- ✓ Conservateur

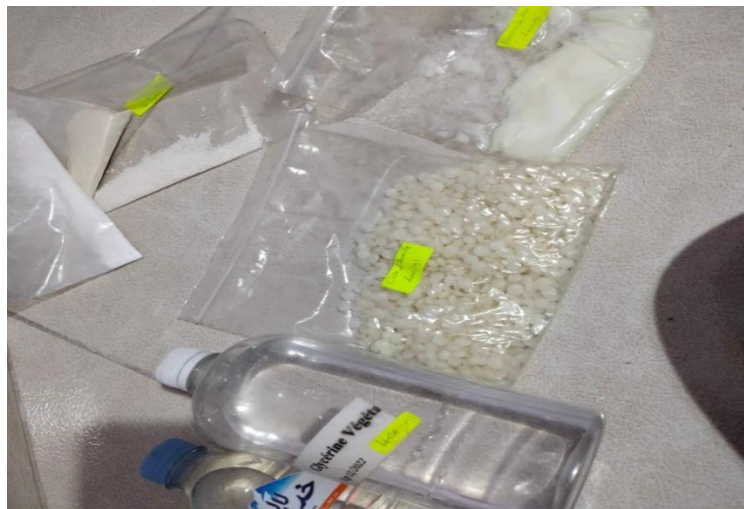


Figure N°21 : Les matières premières utilisées pour la réalisation d'une crème hydratante à base de distillat de margines (photo originale 2022).

Matériels utilisés

- ✓ Bol en verre
- ✓ Spatule
- ✓ Culière
- ✓ Bain marie
- ✓ Petits pots en plastique
- ✓ Bras mixeur

Méthode de fabrication

Les procédés de fabrications de la crème se différencient par leur consistance, Phase aqueuse (50 à 70% de la crème) : le distillat ; Phase huileuse (30 à 50%) (Contient les huiles et les beurres).

Désinfecter le plan de travail, les ustensiles et contenants.

Verser tous les ingrédients de la phase aqueuse dans un bol, et les ingrédients de la phase huileuse dans un autre bol.



Figure N°22 : présentation des deux phases.

Nous avons mis les deux bols qui contiennent les deux phases (Aqueuse et huileuse) à la même température 40°C.



Figure N°23 : mélange des deux phases à la même température.

Nous avons rajouté la phase aqueuse sur la phase huileuse, puis nous avons mélangé le tout à l'aide d'un bras mixeur pendant quelques minutes (5-10min).



Figure N°24 : émulsion des deux phases.

- Nous avons versé la crème obtenue dans des petits pots stériliser.
- Mettre les pots au réfrigérateur.



Figure N°25 : remplissage des pots de crème (photo original 2022)

IV.6. Utilisation du distilla de margine dans l'alimentation

Cette expérience a pour but de montrer l'effet conservateur de distillat.

Matériels utiliser

- ✓ Distilla.

- ✓ Vinaigres.
- ✓ Bocaux en verre.
- ✓ L'autoclave.
- ✓ Légumes (carotte, piment).
- ✓ Herbes aromatiques.

IV.6.1. Test de conservation des légumes

Mode opératoire

Nous avons commencé par la stérilisation des bocaux à l'autoclave.

Nous avons découpé les légumes en petits morceaux.

Nous avons disposé les légumes dans les bocaux.

Puis nous avons fait 3 essais :

➤ **1^{er} essai**

Nous avons mis la carotte et le piment coupé en morceaux dans un bocal, puis nous avons rajouté le distillat seul.

➤ **2^{eme} essai**

Nous avons mis la carotte et le piment coupé en morceaux dans un autre bocal, puis nous avons rajouté le distillat + le vinaigre.

➤ **3^{eme} essai**

Nous avons mis la carotte et le piment coupé en morceaux dans un autre bocal, puis nous avons rajouté le distillat + les herbes aromatiques.

Au bout de 5 mois de conservation ses légumes feront l'objet d'un test de dégustation composé de 10 personnes (étudiants et enseignant de l'université)

IV.6.2. Test de conservation d'une viande de poisson

Nous avons bien nettoyé les sardines.

Nous les avons faite bouillir pendant 1 minute.

Puis nous les avons mis dans un bocal stérilisé.

Nous avons rajouté le distillat +le vinaigre.

IV.6.3. Elaboration d'un camembert aromatiser au distillat de margines

Objectif de l'étude

Notre étude expérimentale est réalisée au niveau de la laiterie-fromagerie STLD « fermier » qui se situe à Draa ben khedda (11km à l'ouest de la willaya de Tizi Ouzou) d'ont l'objectif, consiste dans un premier temps, à aromatiser un camembert avec du distillat de margines ; ensuite, étudier l'effet de ce dernier sur sa conservation.

Matériels utilisés

- ✓ Hydro distillat
- ✓ Eau distillée
- ✓ Galettes de camemberts
- ✓ Récipient
- ✓ Eprouvette graduée

Echantillonnage

Dix (10) unités de camembert produites au niveau de la laiterie STLD « le fermier », pesant chacune 180g (petit model), ont été utilisé dans cette étude.

Notre intervention ses faites à la fin du salage, les 10 unités utilisées sont réparties en 2 lots :

- ✓ Le premier lot correspond aux témoins, il représente le camembert tel qu'il est produit par l'unité.
- ✓ Le deuxième lot représente les échantillons test, qui correspondent au camembert additionné au distilla de margines.



Figure N°26 : les galettes de camembert après salage (original 2022).

Mode opératoire

Le traitement à consister à tremper celle-ci dans une solution de distillat a différentes concentrations dans de l'eau distillé pendant 3 minutes selon les valeurs suivantes :

- ✓ 1^{er} essai : 100% de distillat.
- ✓ 2^{eme} essai : 75% de distillat+ 25% d'eau distillé.
- ✓ 3^{eme} essai : 50% de distillat+ 50% d'eau distillé.
- ✓ 4^{eme} essai : 25% de distillat+ 75 % d'eau distillé.



Figure N°27 : Trempages des galettes de camembert (original 2022).

Ses fromages ainsi traités seront affinés selon le processus de maturation habituelle de la fromagerie.



FigureN°28 : préparation à l'affinage du camembert (original 2022).

Au bout de 10 jours d'affinage des fromages, nous avons mesurer leurs ph au laboratoire même de la laiterie, ensuite ils ont fait l'objet d'un test de dégustation.

IV.6.3.1. Détermination du pH du camembert

Le pH qui indique l'acidité d'une solution, est déterminé par la méthode potentiométrique à l'aide d'un pH mètre.

Mode opératoire

Après étalonnage du pH-mètre à l'aide d'une solution tampon (pH :4 et pH : 7), l'électrode est plongée dans l'échantillon à analyser.

Expression des résultats



La valeur du pH est lue directement sur l'échelle graduée du pH mètre.

IV.6.3.2. Test de dégustation et analyses sensorielle

Pour mieux apprécier la qualité organoleptique de notre camembert fermier aromatisé au distillat de margines fabriqués à STDL de DBK, nous avons réalisé un test de dégustation.

Le test de dégustation permet de déterminer les caractéristiques et la typicité d'un produit alimentaire afin d'établir un résultat.

Choix du jury

-  Personnelle de l'usine de fromage.
-  Profs et étudiant de l'université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou.

Plusieurs facteurs ont été pris en considération avant l'évaluation afin d'obtenir des performances optimales de la part des sujets.

Un questionnaire a été proposé aux dégustateurs (voire en annexe) dans lesquels figurent les paramètres à tester à savoir : l'arôme, le goût, la texture, l'intensité.



Figure N°29 : lors de la présentation du camembert au jury (photo original 2022)

CHAPITRE V

Résultats et discussion

Avant de passer à l'interprétation des résultats, rappelons que l'objectif de notre étude est la valorisation de la margine par la technique de distillation.

V.1. Le taux du pH du distillat

Le pH est un critère de qualité, Il est en fonction de la qualité d'acides ionisables qu'il renferme (ions H+) ainsi que sa composition minérale.

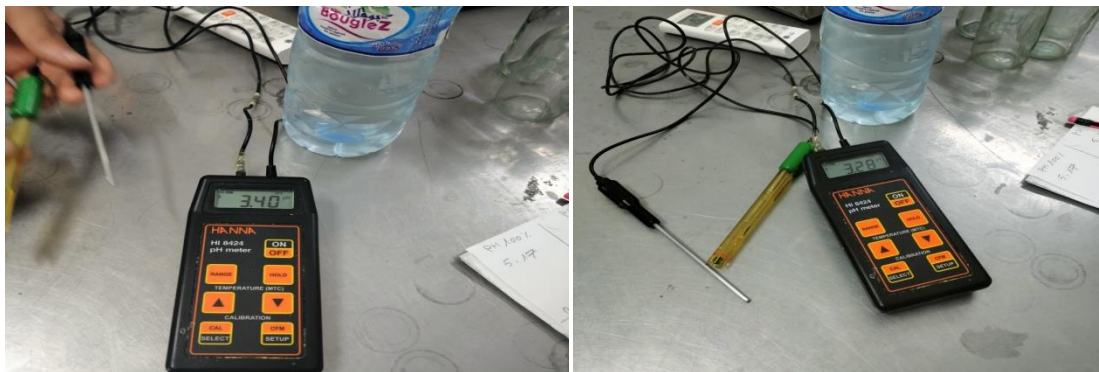


Figure N°30 : détermination du pH du distillat (original 2022).

TableauN°09 : la valeur moyenne du pH du distillat.

| | Mesure 1 | Mesure 2 | La moyenne |
|----|----------|----------|------------|
| Ph | 3,28 | 3,40 | 4,98 |

Le résultat de la moyenne du ph du distillat obtenue est conforme aux normes.

V.2. Le taux d'acidité titrable du distillat

Les résultats obtenue sons conforme à ceux trouvé avec le ph mètre.

V.3. Le taux de Matière grasse du distillat

La mesure de la matière grasse de notre distillat à sein de l'usine à révéler qu'il ne représente aucune trace de matière grasse.

V. 4. LE Taux de polyphénols du distillat

Tableau N°10 : résultats des absorbances obtenus des solutions filles d'acide gallique.

| Concentration | 0,06 | 0,12 | 0,2 |
|---------------|-------|-------|------|
| Absorbance | 1 ,42 | 1 ,42 | 1,42 |

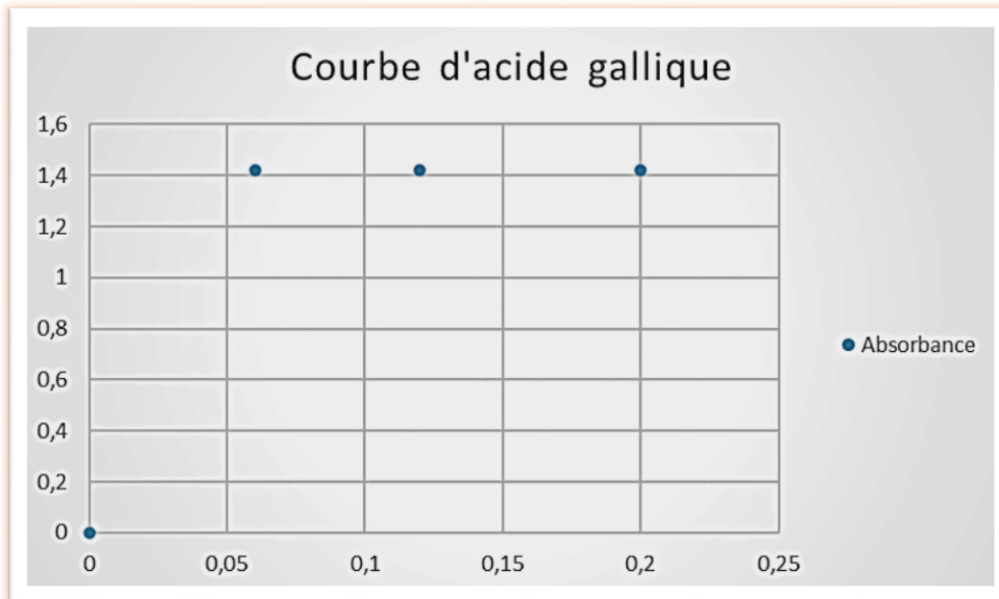


Figure N°31 : courbe d'acide gallique.

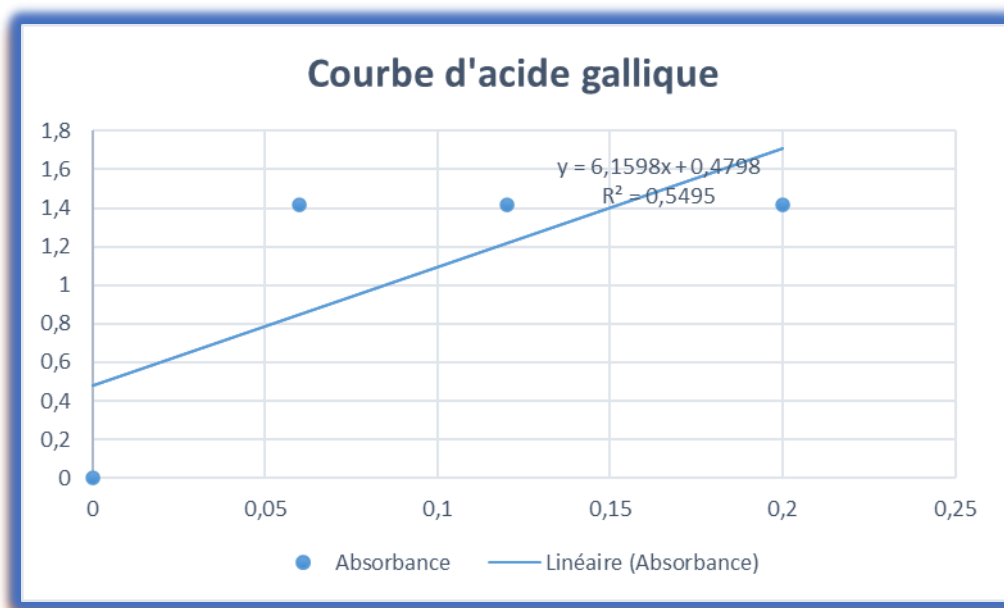


Figure N°32 : courbe de tendance d'acide gallique.

Utilisation de l'équation de la courbe pour calculer la teneur en phénols totaux de nous échantillon : $Y = 6,1598 x + 0,4798$

Y= Absorbance (A)

X= Concentration (C)

Si : $A = 6,1598C + 0,4798$

Donc : $C = (A - 0,4798) / 6,1598$

Pour nous absorbance de 1,42 la concentration de l'extrait phénolique est calculée comme suit :

$$C = (1,42 - 0,4798) / 6,1598$$

$$C = 0,1526 \text{ mg/l.}$$

La teneur en composés phénoliques totaux de notre échantillon de distillat de la margine est de : 0,152 ppm.

V.5. Résultat de la réalisation de la crème hydratante

Nous n'avons pas eu l'opportunité de la tester d'une manière normaliser, cependant visuellement, l'aspect de celle-ci est crémeux, parfaitement émulsionnait, stable.

Nous avons pu la conserver pendant plusieurs mois ce qui prouve bien l'effet conservateur des antioxydants contenue dans le distillat.

V.6. Résultat du test de conservation des légumes

Tableau N°11 : résultats du test des trois critères de dégustation des légumes

Le gout :

| | Acide | Sucré | Salé | Fermenté | Terreux | Neutre |
|----------------------------|--------------|--------------|-------------|-----------------|----------------|---------------|
| Distilla seul | 70% | 0% | 4% | 1% | 0% | 8% |
| Distilla + Vinaigre | 98% | 2% | 0% | 0% | 0% | 0% |
| Distilla + Herbes | 55% | 12% | 0% | 2% | 0% | 7% |

Interprétation du tableau :

Selon le tableau suivant pour le gout les trois variantes se sont révélées pratiquement toutes acides avec respectivement le distilla seul : 70% ; le distilla + vinaigre 98% ; distilla+ herbes 55%.

L'odeur :

| | Odeur naturelle | Odeur étrangère |
|----------------------------|-----------------|-----------------|
| Distilla seul | 100% | 0% |
| Distilla + Vinaigre | 100% | 0% |
| Distilla + Herbes | 92% | 8% |

Interprétation du tableau

Les réponses du jury montre qu'il y a une unanimité au tour de l'odeur naturel à savoir ; le distilla seul : 100% ; le distillat + vinaigre :100% ; le distilla + herbes :92%.

Texture

| | Ferme | Croquant | Juteux |
|----------------------------|-------|----------|--------|
| Distilla seul | 75% | 25% | 0% |
| Distilla + Vinaigre | 0% | 100% | 0% |
| Distilla + Herbes | 95% | 2% | 3% |

Interprétation du tableau

Le résultat du teste relative à la texture montre clairement que les légumes conditionner dans le distilla + vinaigres-en gardées leurs croquant signe de fermeté, mieux que se conserver dans le distillat + herbes, et avec respectivement 75% pour le distillat seul.

Appréciation final (globale)

| | Agréable | Plaisant | Déplaisant |
|----------------------------|----------|----------|------------|
| Distilla seul | 15% | 80% | 5% |
| Distilla + Vinaigre | 100% | 0% | 0% |
| Distilla + Herbes | 5% | 10% | 85% |

Interprétation du tableau

L'appréciation finale est largement en faveur du distilla + vinaigre, néanmoins le distilla de margine d'huile d'olive ses avérer être un conservateur presque aussi performant que le vinaigre (acide acétique) se ci pourrez être dut à la présence de polyphénol (léger conservateur).

V.6.1. Interprétation des résultats

➤ Pour le 1^{er} essai (distillat seul)

Visuellement nous avons remarqué que malgré la bonne conservation des morceaux de légumes le jus obtenu présente un délitement qui serait probablement dû à la présence d'un émulsionnant naturel, son gout est agréable en bouche, on ressent un léger arôme d'huile d'olive.



Figure N°33 : résultat de la conservation des légumes avec du distillat seul (photo original 2022).

➤ Pour le 2eme essai (distillat + vinaigre)

Nous n'avons remarqué aucun changement, la couleur du liquide de conservation et les légumes sont restées intègre, la texture des légumes est restée tel quel été, leurs goûts aussi est très bon on ressent un léger arôme d'huile d'olive.



Figure N°34 : résultat de la conservation des légumes avec le distillat + vinaigre (photo original 2022).

➤ **Pour le 3eme essai (distillat + herbes de province)**

Nous avons observé un délitement, le liquide de conservation ses assombries, les légumes en libérer un jus qui ses liée avec le conservateur, nous n'avons remarqué aucune trace de moisissures et leurs textures à changer.



Figure N°35 : résultat de conservation des légumes +herbes de province (photo original 2022)

Globalement le test de dégustation des légumes a permis de montrer que si l'acide acétique est un conservateur idéal aux vues de sons ph acide, l'hydro distilla de margine parvient à conserver également les légumes avec l'effet des polyphénols et de l'acidité.

Ce qui a été monter par ce test est sur tous une certaine acidité, une odeur naturelle, une fermeté de la chaire qui a permis de garder le croquant et la couleur naturel des légumes.



Figure N°36 : résultats des différents aspects des légumes (original 2022).

V.7. Résultat du Test de conservation d'une viande de poisson par l'hydro distillat

- ✓ Nous avons remarqué que le poisson est resté intacte.
- ✓ Aucune trace de moisissure.



Figure N°37 : Résultat de la conservation de la viande « poisson » (original 2022).

Le distillat a permis de garder la chair du poisson sans aucun additif.

Ce serait probablement les conservateurs contenus dans l'hydro distilla qui ont permis cette bonne conservation.

V.8. Résultat du teste de dégustation des fromages à pâte molle :

Tableau N°12 : résultats du test de dégustation des camemberts.

| | Témoin | 25% | 50% | 75% | 100% |
|------------------|----------------------------------|----------------------------------|---------------|----------------------------------|-----------------|
| Gout | Bon | Bon | Agréable | Bon | Acide |
| Texture | Moelleux | Moelleux | Moelleux | Moyennement moelleux | Moelleux |
| Arome | Lait de vache et gout de fromage | Lait de vache et gout de margine | Huile d'olive | Lait de vache et l'huile d'olive | L'huile d'olive |
| Intensité | 4 /5 | 4/5 | 4/5 | 3,5/5 | 2/5 |
| Note | 4/5 | 4/5 | 5/5 | 4/5 | 1/5 |

Interprétation du tableau

Après dégustation il s'avère que selon nos critères de discrimination que le choix est porté sur le 50% qui s'avère agréable, moelleux, intense et doté d'un arôme caractéristique d'huile d'olive vierge extra.

A notre avis la concentration de 50% a permis un meilleur développement, tous en apportant l'arôme de l'huile d'olive.

En revanche la concentration maximale de 100% a généré un produit qui s'avère acide au goût, et présentant une faible intensité gustative.

Nous pensant que ce sont les polyphénols qui ont fini par contrarier la maturation naturelle du fromage.

La conservation de 25% s'avère semblable au témoin (goût fermenté).

Tableau N°13 : le choix du jury par rapport à la concentration du distillat.

| La concentration du distillat | 25% | 50% | 75% | 100% |
|--------------------------------------|------------|------------|------------|-------------|
| Choix de jury | 13 | 16 | 10 | 0 |

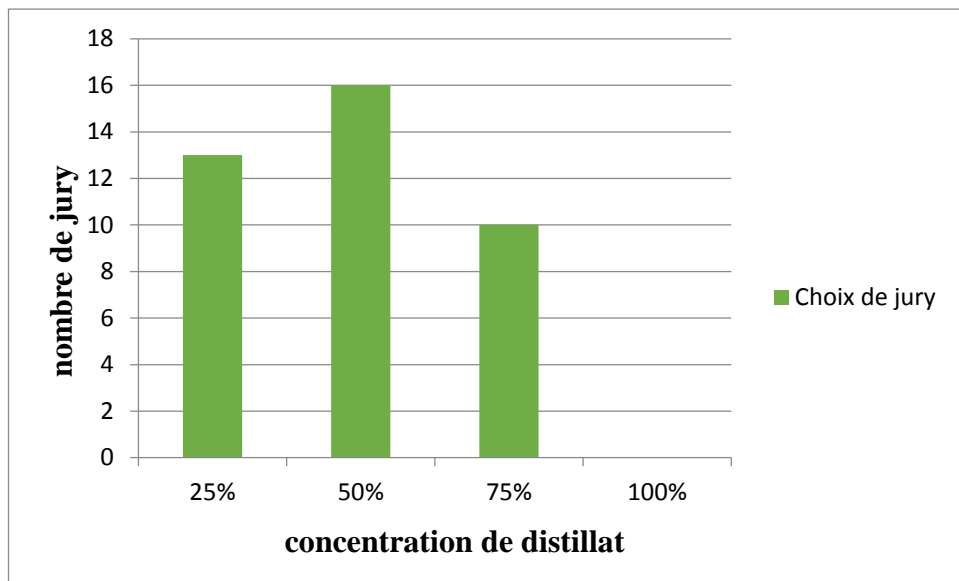


Figure N°38 : variation de la concentration du distillat dans le camembert par rapport au nombre du jury.

Après l'étude des fiches de dégustation, Nous remarquons que les avis des dégustateurs ont une différence significative. On les compare, on a trouvé que le nombre de personnes qui ont préféré le 50% est plus élevé, ensuite vient le 25% puis le 75%.

D'autre part, le 100% n'a pas été apprécié par aucun nombre du jury.

V.9. Résultats de la mesure du taux du pH du camembert :

Tableau N°14 : résultat du pH des camemberts à différentes concentrations du distillat.

| Concentration du distillat | 0 % (Témoin) | 25% | 50% | 75% | 100% |
|----------------------------|--------------|------|------|------|------|
| Ph des camemberts | 5,27 | 5,23 | 5,20 | 5,19 | 5,17 |

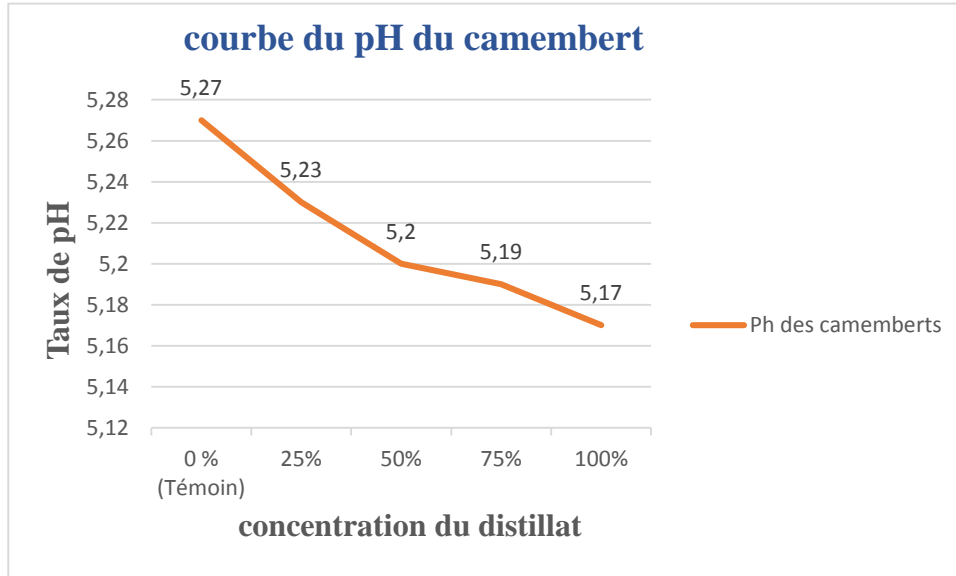


Figure N°39 : l'effet du distillat sur le ph du camembert.

Interprétation des résultats

Cette courbe montre que le ph diminue graduellement selon la concentration du distillat, cette variation inversement proportionnelle pourra être due à l'effet des polyphénols sur les levures ; selon (David Sinclair et ses collègues) les polyphénols augmenteront la longévité des levures de 60% à 80 %.



Conclusion générale

Le rejet des eaux de lavage des industries productrices d'huiles d'olives, est un problème majeur surtout pour les pays du bassin méditerranéen du fait qu'elles renferment une fraction organique importante et provoquent plusieurs types de pollution néfastes sur l'environnement et les écosystèmes, pour éliminer ou réduire la pollution causée par ces margines, plusieurs techniques physique, physico-chimique, biologique, ont été abordées.

Dans cette étude, nous présentons une solution innovante, pour à la fois éviter la pollution et tirer profit des margines. La valorisation des margines par la technique de distillation permet la récupération de distillat qui sera introduit dans l'alimentation humaine et dans la cosmétologie.

D'après nos résultats, le distillat issu de la distillation des margines semble être un bon conservateur, car il a permis de conserver les aliments intacts pendant 5 mois sans l'ajout d'aucun conservateur chimique grâce aux polyphénols et à l'acidité, idem pour la crème hydratante.

Ainsi, l'étude que nous présentons dans ce mémoire, consiste à la mise au point d'une solution efficace et plus écologique au problème des margines. Cette solution a été d'abord développée à l'échelle du laboratoire, pour envisager une expérimentation dans un site réel pour une valorisation agronomique.

Fiche de dégustation de notre fromage

Date : / /

✚ Cinq échantillons de camemberts-vous sont proposés : témoin 25% 50% 75% 100% (la concentration du distillat).

➡ Veuillez répondre aux questions selon une évaluation de 1 à 10 :

Dégustation

Intensité /5

Texture

Gout.....

Aromes

Conclusion

Note .../5

Commentaires.....



Références bibliographique

A

AGGOUN.M-ARHAB, Caractérisation de la composition en micro constituants des margines issues de la production oléicole et utilisabilité comme complément dans la ration chez la vache laitière, 2016. Thèse de l'Université Frères Mentouri Constantine.

Aissaoui Y.2016. Détermination des principes nutritionnels et fonctionnels de l'huile d'olive de la région ouest d'Algérie. Effets immunomodulateur et anti-inflammatoire chez le rat Wistar. Thèse de doctorat en sciences, université djillali liabes Sidi bel abbes, 186p.

AISSAM.H. Etude de la biodégradation des effluents des huileries (margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannase. (2003). Thèse de doctorat à l'Université Sidi Mohamed Ben Abdellah.

Aissam H., Errachidi F., Merzouki M., Benlemlih M. (2002) Identification des levures isolées des margines et étude de leur activité catalase. Cahiers de l'Association Scientifique Européenne pour l'Eau et la Santé, 7, 23-30.

Al-Malah K., Azzam M.O.J., Abu-Lail N.I. (2000) Olive mills effluent (OME) wastewater post-treatment using activated clay. Separation and Purification Technology, 20, 225-234.

Amirante P., Montervino A. (1996) Epuration par concentration thermique des effluents des huileries d'olives et compostage du concentré. Une expérience appliquée dans les pouilles, Olivea, 63, 64-69.

Amat P., Rinaldi A., Sanjust E., Satt G., Viola A. (1986) Vegetable material in water in the olive oil industry: raw material or polluting waste. Riv. Merceol, 25, 183-199.

Anderson G., Donnelly T., Rippon G.M. (1977) Digestion anaerobia de aguas residuales industriales. Actas I. Congreso nacional de Quimica, Vigo., 549-565.

Annaki A., Chaouch M., Rafiq M. (1999a) Elimination des margines par évaporation naturelle. L'eau, L'industrie, Les nuisances, 1, 99-107.

ANONYME 2, 2016. Bilan de la campagne oléicole 2015/2016, Observation National• des Filières agricoles et agroalimentaires (ONFaa).

Antonacci R., Brunetti A., Rozzi A., Santori M. (1981) Trattamento anaerobico di acqua vegetazione di frantoio. I. Risultati preliminari. Ingegneria sanitaria, 6, 257-262.

Aoukli M N ; Chetouhe S ; (2019). Etude qualitative des huiles d'olives de la région de Djaafra. Mémoire de Master 2 : Qualité des produits et sécurité alimentaire. Univ B.B.A ; p 11-22.

Aveni A. (1984) Biogaz from olive mill wastewater by anaerobic digestion. In anaerobic digestion and carbohydrate hydrolysis of waste. Eds Ferrero G.L., Ferranti M.P., Naveau H., Elsevier Applied Science, Barking.

B

Balice V., Carriera C., Cera O., Difacio A. (1986) Naturel biodegradation in olive mill effluents stored in opened basins. In: International Symposium on olive by products Valorization FAO, Seville, Spain, 101-118.

Balice V., Carieri C., Cera O., Rindone B. (1988) the fate of tannin-like compounds from olive mill effluents in biological treatment. In: Hall, E. R. and hobson, P. N. (Eds). Proceedings of the Fifth Internationl. Symposium: On Anaerobic Digestion. Bologna, 275-280 Academic Press. Italy.

Balice V., Carrieri C., Carrieri G. (1997) Trattamento chimico-fisico seguito dal biologico delle aque di vegetazione delle olive, Ricerca, 2, 50-53.

Beccari M., Majone M., Riccardi C., Savarese F., Torrisi L. (1999) Integrated treatment of olive oil mill effluents : effect of chemical and physical pretreatment on anaerobic treatability. Wat. Sci. Tech., 40, 347-355.

Baccioni L. (1981) Ricido delle acque e loro incenerimento : una soluzione per la depurazione delle acque dei frantoi. Riv. Ital. Sostanze Grasse, LVIII, 34-37.

Benariba kaddour ;Azzouni Mohamed Abelkarim ;2017. Comparaison physico-chimique et organoleptique de quelques huiles d'olives de la région de Tlemcen. Mémoire de Master : Industrie agro-alimentaire et contrôle qualité. Université de Tlemcen. p 17,37.

Benhayoun G. and Lazzeri, Y. (2007) : L'olivier en Méditerranée, du symbole à l'économie, Editions L'Harmattan, Paris. P1-2.

BENHAYOUN G, LAZZERI Y. l'olivier en méditerranée du symbole à l'économie. Paris : L'HARNATTAN, 2007, 135p.

Benlemlih M. et Ghanam J. (2016). Polyphénols de l'huile d'olive trésors sante! 2ème édition augmenté imprimé en France (Nouvelle Imprimerie Laballery),1ER partie, chapitre1. page 48. ISBN 978–2–87.

Benlemlih M. et Ghanam J. (2016). Polyphénols de l'huile d'olive trésors sante! 2ème édition augmenté imprimé en France (Nouvelle Imprimerie Laballery),1ER partie, chapitre1. page 48. ISBN 978–2–87211–159–6.

Bensalah A; Marzouk B; Cherif A; 1987.REV .Scient. Tech. olivae. N°14. pp14-17 .

Boari G., Brunetti A., Passino R., Rozzi A. (1984) Anaerobic digestion of olive oil mill waste-waters. Agric. Wastes, 10, 161-175.

BOUDOUKHANA H, 2008.Impacts des margines sur les eaux de Oued• **BOUCHTATA** (wilaya de Skikda). Mémoire de Magister, département des sciences fondamentales, Faculté des sciences et des sciences de l'ingénieur, université du 20 Aout 1955 SKIKDA, 82p.

Borja R., Martin M.A., Duran Barrantes M.M. (1992) Kinetic study of biomethanization of olive mill wastewater previously subjected to aerobic treatment with *Geotrichum candidum*. Grasas y Aceites, 43, 82-86.

Breton C., Guerin J., Ducatillion C., Médail F., Kull CA. and Bervillé A. 2008 .Taming the wild and 'wilding' the tame: tree breeding and dispersal in Australia and the Mediterranean. Plant Science 175: 197-205.

Buldini P.L., Mevoli A., Quirini A. (2000) On-line microdialysis-ion chromatographic determination of inorganic anions in olive-oil mill wastewater. J Chromatogr A., **882** (1-2), 321-8.

C

Capasso R., De Martino A., Cristinzio G. (2002b) Production, characterization, and effects on tomato of humic acid-like polymerin metal derivatives from olive oil mill waste waters. J Agric Food Chem., **50** (14), 4018-24.

Casa R., D'Annibale A., Pieruccetti F., Stazi S.R., Giovannozzi Sermanni G., Lo Cascio B. (2003) Reduction of the phenolic components in olive-mill wastewater by an enzymatic treatment and its impact on durum wheat (*Triticum durum* Desf.) germinability. Chemosphere, **50** (8), 959-66.

CADILLON, LACASSIN.SD. La valorisation agronomique des margines. Société du canal de Provence.

Conseil Oléicole International. 2015. COI/T.15 /NC n°3/Rév.8 Février 2015. Norme commerciale applicable aux huiles d'olives et huiles de grignons d'olives.

Encyclopédie mondiale de l'olivier- **C O I. 1997.**

Cova B. (1988) Il processo snia fibre per il trattamento dei frantoi oleari. 2a tavola rotonda sulle acqua reflue dei frantoi. Accademia Ntionle dell'Olive. Spoleto, 334-39.

Charles Guy (2008) Asthme lergies chez l'enfant et l'adolescent. Masson, Paris, 213.

D

Diamadopoulos E., Samaras P., Sakellaropoulos G.P. (1992) The effect of actived carbon properties on the adsorption of toxic substances. Wat. Sci. Tech., 25, 153-160.

Di-Giovacchino L., Mascolo A., Seghitti L. (1988) Sulle caratteristiche telle delle acque di vegetazione delle olive. La Rivista delle Sotanze Grasse. 65.

E

Ehaliotis C., Papadopoulou K., Kotsou M., Mari I.I., Balis C. (1999) Adaptation and population dynamics of *Azotobacter vinelandii* during aerobic biological treatment of olivemill wastewater. FEMS Microbiol Ecol., **30** (4), 301-311.

El Antari A., Hilal A., Boulouha. and El Moudni A. 2000. Etude de l'influence de la variété, de l'environnement et des techniques culturales sur les caractéristiques des fruits et la composition chimiques de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. Olivae, 80: 29-36.

Ercoli E., Ertola R. (1983) SCP production from olive black water. Biotechnol. Lett., **7**, 457-462.

Ergüder T.H., Guven E., Demirer G.N. (2000) Anaerobic treatment of olive mill wastes in batch reactors. Process Biochem., 36 (3) ,243-248.

ESMAIL. A, H. ABED, M. FIRDAOUS, N.CHAHBOUN, Z. MENNANE, study of oil mill wastewater (OMW) from three different regions of Morocco, J. Mater. Environ. Sci.5 (1), 2014,121-126.

F

- Fedeli E. (1977)** Lipids of olives. Pros. Chem. Fats other lipids, **15**, 57-74.
- Fiestas Ros de Ursinos J.A. (1961)** Estudio del alpechin para su aprovechamiento industrial V. Cinetica del desarrollo de la levadura *Torulopsis utilis* en el alpechin. Grasas y Aceites, **12**, 57-66.
- Fiestas Ros de Ursinos J.A. (1966)** Estudio del alpechin para su aprovechamiento industrial VII. Instalacion comercial para la obtencion de levaduras-pienso. Grasas y Aceites, **17**, 41-47.
- Fiestas Ros de Ursinos J.A. (1977)** Problemas del aprovechamiento y depuracion de las aguas residuales de las almazaras. XIII. Reunion plenaria asamblea mieembros dil instituto de la Grasa y Sus Derivados.
- Fiestas Ros de Ursinos J.A. (1981)** Différentes utilisations des margines. Actes du Séminaire Internatinal sur la valorisation des sous produits de l'olivier. Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture (FAO). 93-110. Tunisie.
- Fiestas Ros de Ursinos J.A., Leon Gabello R., Garcia Buendia A.J., Maestrojuan Saez de Jauragui G.M. (1982)** Energy production in the olive oil industry from biomethanisation of its effluents. Food Ind. Environ., **9**, 163-172.
- Fiestas Ros de Ursinos J.A. (1986)** Possibilidades de utilizacion del alpechin como fertilisante. Simposio Internacional. Sobre Valorizacion de los subproductos del olivar : alpechin y orujo. 5-6-7 Marzo, Sevilla- Aspana. 321-330.
- Fiestas Ros de Ursinos, J.A., Borja R. (1992)** Use and traetement of olive mill wastewater : Current situation and prospects in Spain. Grasas y Aceites, **2**, 101-106.
- Fiorelli F., Pasetti L., Galli E. (1996)** Fertility-Promoting metabolites produced by *Azotobacter vinelandii* grown on olive-mill wastewaters. International Biodeterioration & Biodegradation, 165-167.
- Florenzano G., Balloni W. (1983)** Trattamento e utulizzazione delle acque di scarico di oleificio: considerazioni analitiche e proposte tecnologiche. Genio Rurale, **9**, 342-348.
- Fountoulakis M.S., Dokianakis S.N., Kornaros M.E., Aggelis G.G., Lyberatos G. (2002)** Removal of phenolics in olive mill wastewaters using the white-rot fungus *Pleurotus ostreatus*. Water Res., 36 (19), 4735-44.
- Francesco G.L. (1993)** Evaluations économiques sur l'innovation technologique. Les problèmes de l'environnement dans le lecteur oléicole en Italie. Olivae, **47**, 15-20.

G

Garrido Hoyos S.E., MartinezNieto L., CamachoRubio F., RamosCormenzana A. (2002) Kinetics of aerobic treatment of olive-mill wastewater (OMW) with *Aspergillus terreus*. Pro. Biochem., **37**, 1169-1176.

Gharsallah N. (1993) Production of single cell protein from olive mill wastewater by yeasts. Environ. Technol., **14**, 391-395.

Ghedirak ., les flavonoïdes :structures, propriétés biologiques, rôle prophylactiques et emplois en thérapeutique . Phytothérapie, 3(04), 162-169, (2005).

GUIGNARD J., DUPONT F. (2004). Systématique moléculaire. Botanique : la famille des plantes. Editions Masson, Paris, France. pp 336.

H

Hamdi M., Garcia J.L. (1991) Comparison between anaerobic filter and anaerobic contact process for fermented olive mill wastewaters. Biores. Technol, **38**, 23-29.

Hamdi M. (1991a) Nouvelle conception d'un procédé de dépollution biologique des margines, effluents liquides de l'extraction de l'huile d'olive, Thèse de l'université de Provence. Marseille, France.

Hamdi M., Khadir A., Garcia J.L. (1991c) The use of *Aspergillus niger* for the bioconversion of olive mill waste-waters. Appl. Microbiol. Biotechnol., **34**, 828-831.

Hamdi M. (1992) Toxicity and biodegradability of olive mill wastewaters in batch anaerobic digestion. Appl Biochem Biotechnol., **37**, 155.

Hamdi M., Ellouz P. (1993) Treatment of detoxified olive mill wastewater's by anaerobic filter and aerobic fluized bed processes. Environ. Technol., **14**, 183-188.

Hamdi M. (1993a) Future prospects and constraints of olive mill waste waters use and treatment : A. Review. Bioprocess Engineering, **8**, 209-214.

Hermeso M, Uceda M,Garcia A,Morales J ,Ferias LY,Fernandez A (1991).Elaboracion de aceite de oliva decalidad.5/91Apuntes.Junta de andalucia .Consejeria.

I

IBOUKHOULEF H, 2014. Traitement des margines des huileries d'olive par les• procédés d'oxydation avancés basés sur le système Fenton-like (H₂O₂/Cu). Thèse de doctorat, Faculté des sciences, université Mouloud MAMMERI, Tizi-Ouzou, 124p.

ITAFV, catalogue des variétés algérien de l'olivier P86-87.

Iddir Anissa ;(2019). Etude comparative du comportement des huiles d'olive durant le stockage. Influence du climat, altitude et la date de récolte. Mémoire de doctorat en sciences : *Technologie agro- alimentaire. Université de Mostaganem, p 35 ,37 .*

J

Jardak T., 2007.(Eds). Conseil Oléicole Internationale. Techniques de production en oléiculture. Madrid (Espagne). ISBN. 1 ère édition, 348p.

K

Kahramann S., Yesilada O. (2001) Industrial and Agricultural wastes as substrates for laccase production by white-rot Fungi. *Folia microbial.*, **46** (2), 133-136.

Kissi M., Mountadar M., Assobhei O., Gargiulo E., Palmieri G., Giardina P., Sannia G. (2001) Roles of two white-rot basidiomycete fungi in decolorisation and detoxification of olive mill waste water. *Appl Microbiol Biotechnol.*, **57** (1-2), 221-6.

L

Ladorde Monpezat G., Xanthoulis D. (1996) Les expériences méditerranéennes dans le traitement et l'élimination des eaux résiduaires des huileries d'olives, Editions (GTZ) GmbH, Eschborn. République Fédérale d'Allemagne.

LAZZERI Y 2009. Les défis de la mondialisation pour l'oléiculture méditerranéenne. l'olivier en méditerranée, conférence Centre Culturel Français de TlemcenAlgérie.24P.

Lazzez A ; Coss Entine M ; Khlif M et Kartay B. (2006) Edition de l'évolution des stérols, des alcools aliphatique et des pigments de l'huile d'olive au cours du processus de maturation, 27.32.

Lettinga G., Van Velson A.F.M., Lobma S.W., de Zeeuw W., Klapwijk A. (1980) Use of the upflow sludge blanket (USB) reactor concept for biological wastewater treatment, especiallt for anaerobic treatment. *Biotech. Bioeng.*, 222, 699-734.

Levis-Menzi R., Gaviozzi A., Riffaldi R., falzi L. (1992) L'épandage aux champs des margines : effet sur les propriétés du sol. *Olivae*, 40, 20-25.

Lombardo N., Bricolli Bati C., Marsilio V., Di-Giovacchino L., Solinas M. (1988) Prime osservazioni sugli effetti somministrazioni di acqua di vegetazione al terreno agario, estratto da annali del l'instituto Sperimentale per lolivicoltura, 10, 9-22.

Lutwin B., Fiestas Ros De Ursinos J.A., Geissen K., Kachouri M., Klimm E., De Ladorde Monpezat G., Xanthoulis D. (1996) Les expériences méditerranéennes dans le traitement et l'élimination des eaux résiduaires des huileries d'olives, Editions (GTZ) GmbH, Eschborn. République Fédérale d'Allemagne.

Longhi P., Vodopivec B., Fiori G. (2001) Electrochemical treatment of olive oil mill wastewater. *Annali di Chimica*, 91, 1696-174.

Loulan P.Y., Thelier Y. (1987) Procédé et dispositif de traitement par fermentation méthanique des eaux résiduaires lipidiques, Brevet français, 262043.

Loulan P.Y., Thelier Y. (1987) Procédé et dispositif de traitement par fermentation méthanique des eaux résiduaires lipidiques, Brevet français, 2620439.

Loussert R ; Brousse C(1978) .L'olivier.Techniques culturelles et production Méditerranéennes .Edit, C.P, Maisonneuve et Larousse, Paris, 437p.

LOUSSERT R., BROUSSE G.(1978). L'olivier : techniques agricoles et productions méditerranéennes, ed. Maisonneuve et Larousse, Paris, France, pp 480.

M

Martilotti F. (1993) Use of olive by-products in animal feeding in Italy. Division de la production et de la santé animale. FAO. Rome. 56-62.

Martirani L., Giardina P., Marzullo L., Sannia G. (1996) Reduction of phenol content and toxicity in olive mill wastewaters with the ligninolytic fungus *Pleurotus ostreatus*. *Water Research*, 1 (30), 1914-1918.

Martin A., Borja R., Garcia I., Fiestas J.A. (1991) Kinetics of methane production from olive mill wastewater. *Process. Biochem.*, 26, 101-107.

MEBIROUK M, 2002. Rejets des huileries, développement d'un procédé intégré pour la biodégradation des polyphénols.

Morisot A. (1979) Utilisation des margines par épandage. *Olivae*. 19, 8-13.

Morisot A., Tournier J.P. (1986) Répercussions agronomique de l'épandage d'effluents et déchets de moulins à huile d'olive. *Agronomie*, 6, 235-241.

Morillo RJ ; (1992).L'huile d'olive vierge du bas aragon .*Olivae* ed .vol.42, 36, 39 p.

Mouncif M., Achkari-Begdouri A., Faid M. (1993b) Traitement des margines par digestion anaérobique. *Actes Inst. Agron. Vet. Maroc*, 13 (2), 13-19.

N

Nefzaoui, 1983. Ensiling olive pulp with ammonia. Effects on voluntary intake and digestibility measured among sheep. 34th Annual Meeting of the EAAP Study Commission. Madrid, October 1983: 18.211–159–6.

Nefzaoui A. Valorisation des sous produits de l'olivier, options Méditerranéennes, 101-108 :série A .Séminaires Méditerranéens, 161(1991).

O

Oukili O., Chaouch M., Rafiq M., Hadji M., Hamdi M., Benlemlih M. (2001) Bleaching of olive mill wastewater by clay in the presence of hydrogen peroxyde. *Ann. Chim. Sci. Mat.*, 26, 45-53.

P

Papadimitriou E.K., Chatjipa I., Balis C. (1997) Application of composting to olive mill wastewater treatment. *Environmental technology*, 18, 101-107.

Petruccioli M., Servili M., Montedoro F., Federico F. (1988) Development of recycle procedure for the utilization of vegetation waters in the olive-oil extraction process. *Biotechnol. Lett.*, 10, 55-60.

Perrin J.L. (1992). Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. Etude et recherche, 4 : 25-31.

Perrin 1992 pigments profile and color of monovarietal virgin olive oils from Arbéquine cultivar obtained during two consecutive crop seasons food chemistry Pouyet B. et Ollivier V. 2014. Réglementations sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive .OCL. D 508.P134.

Piperidou C.I., Chaidou C.I., Stalikas C.D., Soutli K., Pilidis G.A., Balis C. (2000)Bioremediation of olive oil mill wastewater: chemical alterations induced by *Azotobacter vinelandii*. 1: J Agric Food Chem., **48** (5), 1941-8.

Pérez J., Gallardo Lara F., Astheban E. (1980) Aspectos a considerar en el empleo del alpechin comc fertilizante. I. Evaluacion de su efecto fitotoxico de la germinacion de semillas. Cuad. Cien. Biol., **7**, 59-67.

Pérez J., Rubia T., Moreno G., Martinez J. (1992) Phenolic content and antibacterial activity of olive oil waste waters. Environ. Toxicol. Chem., **11**, 489-495.

Pérez J., Estheban E., Gomez M., Gallardo-Lara F. (1986) Effects of wastewater from olive processing on seed germination and early plant growth of different vegetable species. Environ. Sci. Health, **49**, 349-357.

Psyllakis N ; Mikros L ;(1980). Caractéristiques qualitatives d'huile d'olive et les facteurs qui influencent sur ces caractéristiques. Acte du 3 éme congr. Inter sur la valeur biologique d'huile.

R

Ranalli A. (1991a) The effluent from olive mills : Proposals for re-use and purification with reference to Italian legislation. Olivae, 37, 30-39.

Ranalli A. (1991b) The effluent from olive mills : Proposals for re-use and purification **with** reference to Italian legislation. Olivae, 38, 19-34.

Ranalli A. (1991c) The effluent from olive mills : Proposals for re-use and purification with reference to Italian legislation. Olivae, 39, 26-40.

Ranalli A. (1992) Microbiological treatment of oil mill waste waters. *Grasas y Aceites*, 43, 16-19.-6-7 Marzo, Sevilla-Espana.

Reimers Suarez G. (1983) Posibilidades de tratamiento del alpechin por ultrafiltracion y osmosis inversa, *Quimicae Industria*, 273-274.

Renzo C., Amirante P. (1988) Trattamento di osmosi inversa ed ultrafiltrazione, In proc. Of Inter. Symp, on olive mill wastewater traetment. COI-FAO-APROL, Lecce, Italy.

Rigoni-Stern S., Rismondo R., Szpyrkowicz L., Zilio grandi F. (1988) Anaerobic digestion of vegetation water from olive oil mills on a fixed biological bed with a biogas production. In: Proc. Of Fifth Int. Symp. On Anaerobic Digestion, Bologna, Italy, 22-26 May, Tilche, A. and Rozzi, A., (eds) pp. 561-565.

Robles A., Lucas R., De Cienfuegos G.A., Galvez A. (2000) Phenol-oxidase (laccase) activity in strains of the hyphomycete *Chalara paradoxa* isolated from olive mill wastewater disposal ponds. *Enzyme and Microbial Technology*, **26**, 484-490.

S

Saad Dahbia(2009).Etude des endmycorhizes de la variété Sigoise d'olivier (*Olea europea* L) et essai de leur application à des boutures semi-ligneuses. Mémoire de magister en biotechnologie : Interet des microorganismes en Agriculture et en Agroalimentaire.Université Oran , p10 -11 .

Salvimini V., Cera O. (1984) Acidic phenolic fraction of the juice of olives determined by gas chromatographic method. *Grassas y Aceites*, **25**, 178-180.

Salvemini F. (1985) Composizione chimica e valutazione biologica di un mangime ottenuto essicando tercamente le acque di vegetazione delle olive. *Riv. Delle Sostanze Grasse*, **112**, 559-564.

Sayadi S., Ellouz R. (1992) Decolouration of olive mill wastewaters by the white-rot fungus *Phanerochaete chrysosporium* involvement of the lignin-degrading system. *Appl. Micrbiol. Biotechnol.*, 37, 813-817.

Sayadi S., Ellouz R. (1993) Screening of white rot fungi for the treatment of olive mill wastewaters. *J. Chem. Biotechnol.*, 57, 141-146.

Sayadi S., Ellouz R. (1995) Role of lignin peroxidase and manganese peroxidase from *Phanerochaete chrysosporium* in the decolorization of olive mill waste-waters. *Applied and Environmental Microbiology*, 61, 1098-1103.

Sayadi S., Zorgani F., Ellouz R. (1996) Decolorization of olive mill waste-waters by free and immobilized *Phanerochaete chrysosporium* cultures. Effect of the high-molecular-weight polyphenols. *Appl Biochem Biotechnol.*, 56 (3), 265-76.

Sayadi S., Allouche N., Jaoua M., Aloui F. (2000) Detrimental effects of high molecular mass polyphenols on olive mill wastewater biotreatment, *Process Biochemistry*, 35 (7), 725-735.

Saiz-Jiménez C., Gomez Alarcon G., De Leeuw J.W. (1986) Chemical properties of the polymer isolated in fresh vegetation water and sludge evaporation pond. *FAO, on olive byproducts valorisation. Madrid-Spanish*, 41-60.

Sierra J., Martí E., Montserrat G., Crauañas R., Garau M.A. (2001) Characterisation and evolution of a soil affected by olive oil mill wastewater disposal. *The Science of the total environment*, 279, 207-214.

Strom J. (1989) Evaporation del alpechin, *Jornadas sobre innovacion tecnologica, medio ambiente y desarrollo, Sevilla. Espana*.

T

Tchouar Amel K ; Selka Sarra ; 2014. Contribution à l'étude physico-chimique et organoleptique de deux huiles d'olive d'extraction traditionnelle et industrielle de la wilaya de Tlemcen. Mémoire de master : Amélioration de la production végétale et biodiversité. Univ Tlemcen, p32-45.

Tomati U., Galli E. (1992) In *Humus, its structure and role in agriculture and environment*, Kubat J. Ed. Elsevier, London. 117-126.

U

Uzzan A. 1992. Huile d'olive. In: *Manuel des corps gras. Tome I.EI. Tec et Doc Lavoisier*. Pp. 763-768.

Uzzan A : (1994). Huile d'olive. In : *Manuel des corps gras. Lavoisier. Ed. Technique et documents*, pp. 763-766.

V

Vaccarino C., Lo Curto R., Tripodo M.M., Lagana G., Patente R., Muano F. (1986) Vegetation water treatment by anaerobic fermentation with fungi. Simposio Internacional sobre Valorizacion de los subproductos del olivar: Alpechin y Orujo. 23, 55-6-7 Marzo, Sevilla-Espana.

Vinciguerra V., D'Annibale A., Delle Monache G., Sermanni G.G. (1995) Correlated effects during the bioconversion of waste olive waters by *lentinus edodes*. *Bioresource Technol.*, **51**, 221-226.

Y

Yazcioglu T., Celikkol F. (1978) Some trials on the utilisation of whey, black water of olive, and vinase for production of SCP. In Turkey. Cento Seminar on biological conversion of agricultural waste and by products into food and animal feeds-stuffs.

Yesilada O., Fiskin K., Yesilada E. (1995) The use of white-rot-fungus *Funalia trogii* (Malatya) for the decolorization and phenol removal from olive mill waste water. *Environ. Technol.*, **16**, 96-100.

Yesilada O., Sam M. (1998) Toxic effects of biodegraded and detoxified olive oil mill wastewaters on the growth *Pseudomonas aeruginosa*. *Toxicol. Environ. Chem.*, **65**, 87-94.

Youy J;Fedelli E; NawarivW; (1988). *Rivista Italian dell sostanze grasse.Italie.* Vol. 65(4), 196-199 p.

Z

ZAIER.H, W. CHMINGUI, H. RAJHI, D. BOUZIDI, S. ROUSSOS, A. RHOUMA , physico-chemical and microbiological characterization of olive mill wastewater (OMW) of different regions of Tunisia (North, Sahel, South), *JNSciences*, 2017.

Zenjari B., Hafidi M., El Hadrami Bailly J.P., Nejmeddine A. (1999) Traitement aérobie des effluents d'huilerie par les micro-organismes du sol. *Agrochimica*, XLIII, 5-6.

Zenjari B. (2000) Etude ecotoxicologique des effluents liquides des huileries de la ville de Marrakech : Impact sur les milieux récepteurs et détoxification. Thèse de 3ème cycle, Faculté des Sciences de Marrakech (Maroc).

Zenjari B., Nejmeddine A. (2001) Impact of spreading olive mill wastewater on soil characteristics : laboratory experiments. *Agronomie*, **21**, 749-755.

Zouari N., Ellouz R. (1996) Microbial consortia for the aerobic degradation of aromatic compounds in olive oil mill effluent. *Ind. Microbiol.*, **3**, 155-162.

Site web :

Anonyme, 2014. Récolte manuelle, olives Lucques-photo oliveraie jeanjean, Saint-grille. Disponible sur : [https:// www.tripadvisor .fr /](https://www.tripadvisor.fr/). Anonyme. Huile d'olive .Processus de production ;broyage .Double GRID crusher . GRUPPO PIERALISI S.P.A-HEADQUARTERS. Italie, disponible sur : <https://www.pieralisi.com/mg/>.

Résumé

Objectif : Les margines sont le principal rejet liquide des huileries. Par leur composition chimique, elles possèdent un pouvoir polluant très élevé. Épanchées sur les sols, les margines dégradent la qualité du milieu. Méthodologie et résultats : Dans le cadre des recherches sur les procédés de traitement de ces effluents, nous nous sommes intéressés à la technique de distillation.

Cette dernière nous a permis de récupérer un distillat qui semble être un bon conservateur naturel grâce aux polyphénols et à l'acidité qui est de 4,98°D.

Il nous a également permis d'aromatiser pour la première fois un fromage à pâte molle, de conserver une viande et de réaliser une crème hydratante.

Ainsi ce travail ne mérite pas d'être laissé à l'abandon, il mérite d'être adapté à des conditions meilleures afin d'aboutir à de meilleures performances.

Mot clés : huile d'olive, margine, distillat, distillation, crème hydratante, fromage à pâte molle, légumes, viande de poisson.

Abstract

contribution to the valorization of vegetable water by the distillation technique

Objective: The OMWW (olive oil mill wastewater) is the main liquid from olive oil mills. By its chemical composition, it has a very high polluting power. Applied to soil, vegetation, this water degrades the quality of the environment. The objective of this study was on treatment processes of these effluents, and particularly the distillation techniques.

The latter allowed us to recover a distillate which seems to be a good natural preservative thanks to the polyphenols and the acidity which is 4.98°D.

It also allowed us to flavor a soft cheese for the first time, to preserve meat and to make a moisturizing cream.

Thus, this work does not deserve to be left to the abundant, it should be adapted to better conditions in order to achieve better performance.

Keywords: olive oil, vegetable water, distillate, distillation, moisturizing cream, soft cheese, vegetables, fish meat