



***RAPPORT DE STAGE DE FIN D'ETUDES***  
***Licences es sciences et techniques***  
***Eau et Environnement***

**LST – EE**

**TRAITEMENT TERTIAIRE DES  
MARGINES PAR  
INFILTRATION/PERCOLATION**

Réalisé par :

**Soufiane KHERROU & Kawtar MAAMAR**

Soutenu, le 16 juin 2015

Parrain

**Mr. A. Hajjaj (CNREE)**

Devant le jury composé de :

**Pr. Y. BOURGEOINI : Faculté des Sciences et Techniques -Marrakech, Encadrante.**

**Pr. A. BENKADDOUR : Faculté des Sciences et Techniques -Marrakech, Examineur**

Année universitaire : 2014/2015

## REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au Centre National d'Etudes et de Recherches sur l'Eau et l'Energie (CNEREE) dans l'université de Cadi Ayyad. Nous souhaitons remercier Mme. LAILA MANDI Directrice du centre et M<sup>r</sup>. HAJJAJ le responsable de laboratoire de science et technique de l'eau dont l'objectif est de répondre aux besoins de caractérisation physico-chimique et micro-biologique des eaux pour leur accueil.

Nous tenons à adresser nos remerciements les plus sincères à notre encadrant dans la CNEREE M<sup>r</sup>. AIT HMAN AARAFI pour le temps précieux qu'il nous a consacré, pour son sérieux et pour le fait de n'avoir ménagé aucun effort à mettre à notre disposition tous les moyens nécessaires à la réalisation de ce travail.

Nos vifs remerciements à M<sup>elle</sup> YAMINA BOURGEOUANI, qui a assuré notre encadrement au cours de la réalisation de ce projet, pour sa disponibilité sans faille, pour ses conseils avisés et pour son sens critique aigu. Qu'elle veuille trouver ici toute notre reconnaissance puisqu'elle nous a fait profiter de sa compétence et aussi pour l'attention qu'elle a portée à notre formation.

Un remerciement spécial à Mr BENKADDOUR professeur dans la faculté des sciences et techniques de Marrakech pour nous avoir fait l'honneur de juger notre travail.

Nous adressons également notre gratitude à Mr. Lahcen Daoudi, professeur dans la faculté des sciences et techniques de Marrakech, qui nous a aidés et mis à notre disposition le Laboratoire de Géosciences et Environnement afin de réaliser un travail de granulométrie.

# SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	5
CHAPITRE I : ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE.....	6
I. Production de l'huile d'olive .....	7
1) A l'échelle mondiale.....	7
2) A l'échelle Marocaine.....	8
3) Principaux rejets générés par l'extraction de l'huile d'olive.....	10
II. Généralités sur les margines .....	11
1) Origine des margines .....	11
2) Composition, Caractéristiques, traitement et impact sur l'environnement : .....	14
➤ La fraction organique : .....	15
➤ La fraction minérale : .....	16
3) Impact des margines sur l'environnement .....	16
3.1. Impact des margines sur le sol .....	17
3.2. Impact des margines sur la nappe et les cours d'eau .....	17
4) Traitements et Utilisations .....	18
4.1. Les bassins d'évaporation .....	18
4.2. Utilisation des margines comme fertilisant .....	18
4.3. Protéines d'organismes unicellulaires .....	18
4.4. Traitements physico-chimiques .....	18
➤ Electrocoagulation .....	19
➤ Coagulation – Flocculation.....	19
➤ Procédés membranaires.....	19
4.5. Infiltration-percolation .....	20
CHAPITRE II :MATERIELS ET METHODES UTILISES .....	21
I. Dispositif expérimental.....	22
II. Nature de l'échantillon étudié :.....	23
III. Analyses physico-chimique :.....	23
1. L'acidité (PH).....	23
2. Demande chimique en oxygène (DCO) .....	23

3. Demande biologique en oxygène (DBO5) .....	23
4. Conductivité électrique (CE).....	23
5. L'orthophosphate (PO4) .....	23
6. Phosphore total (PT).....	24
7. Azote total Kjeldhl (NTK) .....	24
8. Azote ammoniacal (NH4 <sup>+</sup> ).....	24
9. Nitrite (NO2 <sup>-</sup> ).....	24
10. La coloration.....	24
<b>CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS .....</b>	<b>25</b>
I. Caractérisation physico-chimique des margines utilisées.....	26
II. Caractéristiques du sable utilisé.....	26
III. Caractéristiques de la chaux utilisée : .....	27
IV. Fonctionnement du filtre à sable:.....	28
1) Aspect hydraulique (Débit).....	28
2) Évolution du pH .....	29
3) Évolution de la conductivité : .....	30
4) Évolution de l'oxygène dissous.....	31
5) Evolution du rendement de l'élimination de la DCO.....	32
6) Elimination des formes azotées : .....	33
a. Abattement des Nitrites: .....	33
b. Abattement de l'Ammonium : .....	34
7) Abattement des Orthophosphates : .....	35
8) La couleur : .....	36
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>
<b>Référence bibliographique : .....</b>	<b>39</b>
<b>Annexes.....</b>	<b>42</b>
I. Liste des abréviations : .....	42
II. Liste des figures : .....	43
III. Liste des tableaux : .....	44
IV. Présentation du CNEREE : .....	45
V. Résultats des Analyses sous forme de tableaux.....	46

# **INTRODUCTION**

La culture des oliviers fait partie de la tradition méditerranéenne caractérisée, on ne peut mieux, le climat de l'Afrique du Nord. C'est un symbole de civilisation chez les méditerranéens et en même temps un délice préféré de leur table.

L'industrie oléicole, en plus de sa production principale qui est l'huile, laisse deux sous-produits qui sont les grignons gras et les eaux de végétation appelées aussi margines. Ces effluents ont jusqu'à présent peu de valeur économique au Maroc.

Les margines, rejets acides et polluants du fait de leur richesse en matières organiques posent de sérieux problèmes de contamination à l'environnement.

L'absence de techniques de traitements adaptés fait que les propriétaires des moulins à huile rejettent ces effluents dans la nature sans aucun traitement. Ces rejets sont souvent déversés dans les égouts d'assainissement, stockés dans des bassins d'évaporation ou épandus directement sur le sol sans aucun contrôle. Il en résulte un impact négatif sur l'environnement qui se traduit par le colmatage des sols, la pollution des eaux superficielles et souterraines et le dégagement d'odeurs nauséabondes.

Divers procédés de traitement des margines ont été développés: procédés physiques, chimiques, biologiques et systèmes combinés. Les tendances actuelles doivent viser l'intégration de diverses technologies pour traiter les margines à faible coût. Ceci nécessite la production d'une valeur ajoutée susceptible de couvrir les charges du traitement. Par conséquent, le traitement de ces margines par adsorption semble être la meilleure technique à employer en raison de sa simplicité.

Un prétraitement des échantillons de margines issues d'une unité moderne auprès d'El Kelaa Des Sraghna diluées avec des eaux usées urbaines par la technique « filtre imbriqué » a permis de réduire la matière organique et pas mal de formes azotées. Cependant, ce prétraitement n'a pas assuré une élimination complète de la couleur brun-rougeâtre à noire caractérisant ces effluents. Nous sommes amenés donc à faire une étude basée sur un traitement tertiaire des margines afin d'améliorer la qualité de ces effluents et de les rendre limpides.

L'objectif de cette étude est de montrer la faisabilité du traitement tertiaire des margines par la technique d'infiltration-percolation sur des filtres à sable mélangé avec différents pourcentages de la chaux, et surtout l'évaluation de la capacité de ces filtres d'éliminer la coloration sombre de ces margines et d'améliorer leur qualité.

# **CHAPITRE I**

## **ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE**

## ***I. Production de l'huile d'olive***

### ***1) A l'échelle mondiale***

Bien qu'elle ne contribue qu'à environ 3% du marché mondial des huiles végétales alimentaires, l'huile d'olive est « géographiquement » de plus en plus consommée et appréciée pour son goût unique et ses bienfaits pour la santé. Pour expliquer que de nouveaux pays s'intéressent désormais à cette culture millénaire, il faut certainement tenir compte du fait que depuis plusieurs décennies, les recherches scientifiques ne cessent de confirmer les caractéristiques positives de cet « or liquide » tandis qu'il est toujours plus apprécié au titre de sa place fondamentale dans la diète méditerranéenne que l'Unesco a récemment inscrite sur sa liste du patrimoine culturel immatériel.

La production d'huile d'olive se concentre principalement dans les pays du pourtour méditerranéen : Espagne, Italie, Grèce, Turquie, Syrie, Tunisie et Maroc. La production de ces pays représente 94 % de la production mondiale. La production mondiale de la campagne 2013/2014 atteignait 3 098 000 de tonnes (COI, 2014).

Le Tableau donne une vision sur trois campagnes de la production des dix premiers producteurs mondiaux et illustre la grande variabilité dans la plupart des pays.

<b>Pays</b>	<b>Production( milliers de tonnes)</b>		
	<b>2011/2012</b>	<b>2012/2013</b>	<b>2013/2014</b>
<b>Espagne</b>	<b>1 615,0</b>	<b>616,3</b>	<b>1 536,6</b>
<b>Italie</b>	<b>399,2</b>	<b>415,5</b>	<b>450,0</b>
<b>Grèce</b>	<b>294,6</b>	<b>357,9</b>	<b>230,0</b>
<b>Turquie</b>	<b>191,0</b>	<b>195,0</b>	<b>180,0</b>
<b>Syrie</b>	<b>198,0</b>	<b>198,0</b>	<b>135,0</b>
<b>Maroc</b>	<b>120,0</b>	<b>100,0</b>	<b>120,0</b>
<b>Tunisie</b>	<b>182,0</b>	<b>220,0</b>	<b>80,0</b>
<b>Portugal</b>	<b>76,2</b>	<b>59,1</b>	<b>76,2</b>
<b>Algérie</b>	<b>39,5</b>	<b>66,0</b>	<b>62,0</b>
<b>Chili</b>	<b>21,5</b>	<b>28,0</b>	<b>32,0</b>

**Tableau 1 :** Classement prévu en 2013/2014 des 10 premiers pays producteurs d'huile d'olive et volumes produits (en milliers de tonnes) au cours des trois dernières campagnes (COI 2014).

La figure 1 met en évidence la répartition des producteurs de l'huile d'olive dans le monde.



**Figure 1 :** Répartition des producteurs de l'huile d'olive dans le monde (Association Française Interprofessionnelles De l'Olive 2012)

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) et l'autre solide (les grignons). Les huileries dotées d'équipements relativement modernes ont des productions de margines pouvant atteindre 150 kg/100 kg d'olives dont la quantité d'eau ajoutée est de 110 kg, tandis qu'avec des dispositifs d'extraction traditionnels la quantité des margines produites est de 40 kg/100 kg d'olives. (VITOLLO *et al.*, 1999).

## 2) A l'échelle Marocaine

Le secteur des huiles alimentaires représente l'un des secteurs les plus importants au Maroc. En effet, la production nationale d'huile d'olive est en moyenne de 48.000 t/an ; ce qui représente 1.92 % dans la production mondiale (2500 000 tonne/an) ; et ne couvre qu'environ 10% des besoins nationaux en huile végétal fluide alimentaire alors que la consommation a voisine de 350.000 t/an. Dans le cadre du Plan National Oléicole, il a été prévu d'une part d'améliorer la productivité du patrimoine oléicole existant, et d'autre part de créer de nouvelles plantations. (Hamdi 2009)

Au Maroc ; la superficie plantée par l'olivieraie est estimée à 580 000ha. Cette superficie représente plus 50% du patrimoine arboricole nationale. Le nombre d'arbres à estimer à 62 millions. Le Maroc se place ainsi au sixième rang international après l'Espagne ; l'Italie ; la Grèce ; Turquie et la Tunisie.

Le développement de la production oléicole est sujet à des contraintes d'ordre technique, socio-économique que naturel. Le secteur de l'olivier au Maroc ne bénéficie pas

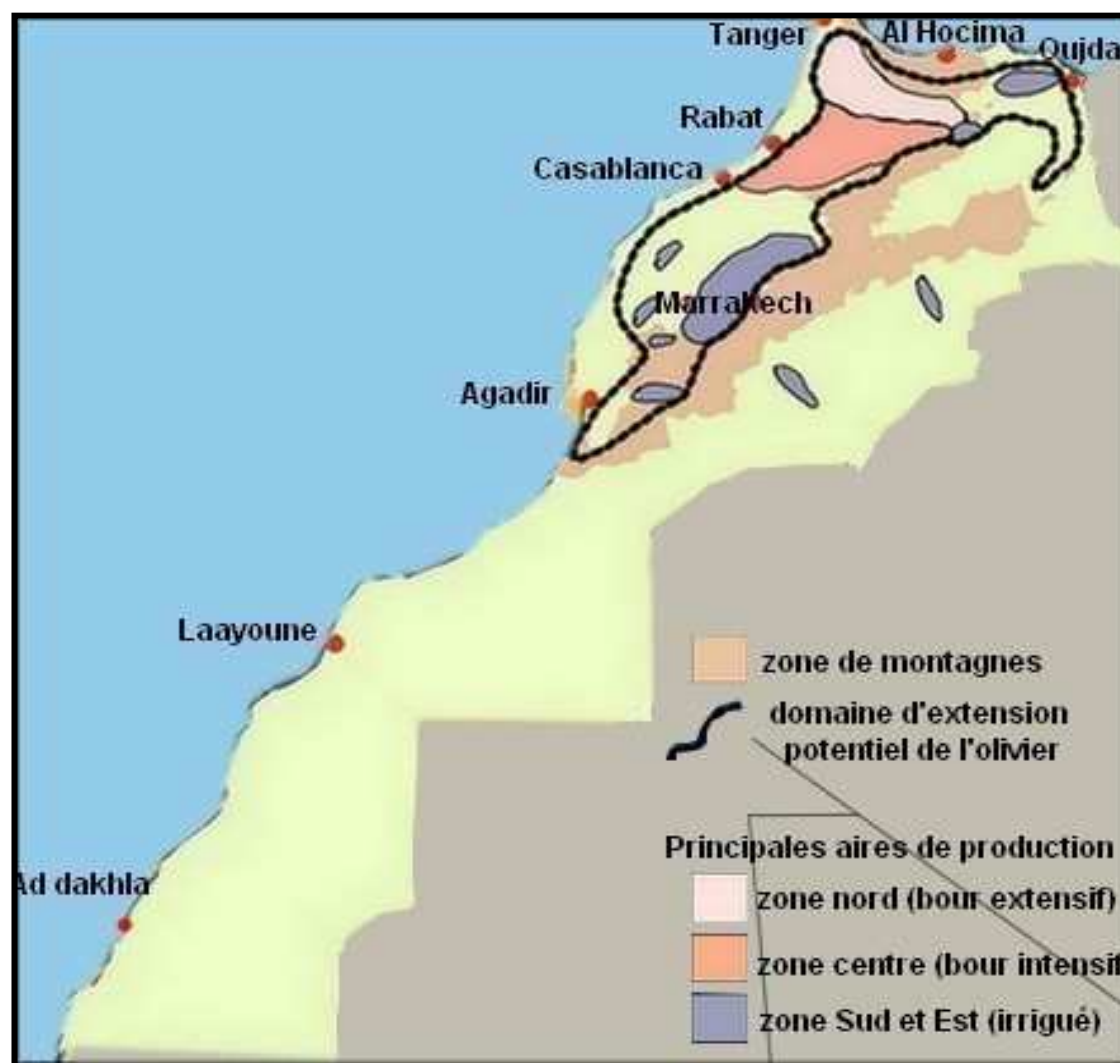


encore de techniques culturelles appropriées et le processus d'extraction d'huile est pour l'essentiel encore traditionnel.(www.vulgarisation.net /par professeur Hamdi/département de chimie10/04/2009).

Le tableau 2 suivant représente les principales zones oléiques au Maroc.

<b>Zone oléicole</b>	<b>Surface (Ha)</b>	<b>% du patrimoine nationale</b>
Zone irriguée: <b>Haouz, Tadla, Sous-Massa, Moulouya, Nador, Boulmane, Oujda, Ouarzazate, Tafilalet, Figuig, Essaouira</b>	<b>220 000</b>	<b>40</b>
Zone de Montagne: <b>Chefchaouen, Taounate, Taza, Tanger, Tétouen, Azilal, Khénifra, Al Houceima</b>	<b>200 000</b>	<b>35</b>
Zone Bour favorable : <b>Sefrou, El Hajeb, Fès, Meknès, SidiKacem, Gharb, Loukous, Benslimane</b>	<b>100 000</b>	<b>18</b>
Autres: <b>Safi, Settat, Khémisate et Khouribga</b>	<b>40 000</b>	<b>40 000</b>

**Tableau 2 :**Zones oléique eu Maroc.(Hamdi ;10/04/2009)



**Figure 2 :** Principales aires de production des olives au Maroc (Achkari-Begdouri,1994).

### 3) Principaux rejets générés par l'extraction de l'huile d'olive

L'extraction de l'huile d'olive constitue une véritable activité polluante. En effet, l'industrie oléicole génère, outre l'huile d'olive qui est le produit désiré, deux types de déchets :

- Un déchet solide formé par les grignons qui ne posent pas de problèmes environnementaux majeurs, vu la facilité de leur transport et leur utilisation soit pour l'extraction de l'huile résiduelle soit comme combustible.
- Un déchet liquide formant les margines qui posent un problème environnemental incontestable à cause de leurs fortes charges organiques faiblement biodégradables et hautement toxiques pour les plantes, les eaux, les sols et les microorganismes (Sierra et al., 2001, Kestioula et al., 2005, Bousdira, 2004).

Les olives contiennent environ 20% d'huile, 30% de grignons et 50% d'eau de végétation (margines)(Di-Giovacchino et al.,1988 ; Hamdi et al 1992).

## ***II. Généralités sur les margines***

Les margines sont des affluents visqueux, acides, riches en matières organiques (sucres totaux, substances azotées, acides organiques, polyalcools, pectines-mucilages, tannins et graisses) (*Fiesta, 1981 et Hamdi, 1993*) et en polyphénols (*Sayadi et al., 1996*). Elles ont des effets néfastes sur le sol (dépôt huileux, imperméabilisation et éventuellement asphyxie), les fleuves et les nappes souterraines (risque de contamination), le réseau public et équipement d'assainissement (corrosion, diminution de débits) et sur les stations d'épuration (altération de la qualité de l'eau traitée) quand elles sont rejetées sans traitement, sans contrôle et à des doses excessives.

Ces effluents sont composées de 40 à 50% de l'eau végétal qui provient du fruit (olive) et le reste de l'eau de fabrication ajoutée lors du processus de trituration (*Nefzaoui, 1987 ; Di-Giovacchino, 1996*).

### ***1) Origine des margines***

Le procédé d'extraction de l'huile d'olive est basé sur le principe suivant :

a) Le pressage s'effectue à l'aide de moulins en pierres (traditionnels) ou de marteaux ou disques (installations modernes). Il existe des variantes de type mixte, par exemple un pressage préalable à l'aide de pierres et un passage postérieur en moulin-homogénéisateur à lames ou à dents.

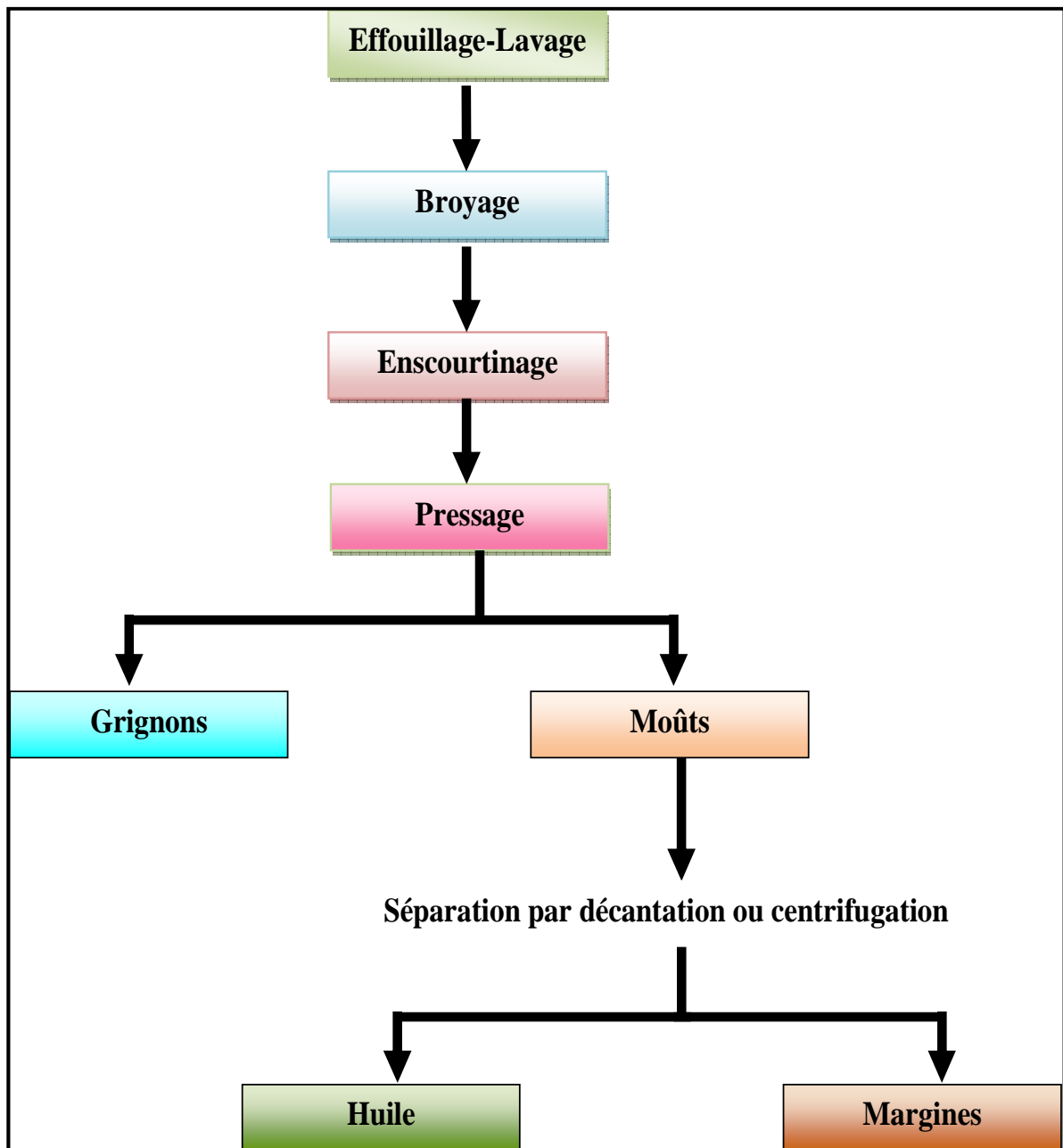
b) Un malaxage postérieur à température appropriée prépare la pâte ou masse, ce qui favorise la séparation de l'huile.

c) L'extraction ou séparation des phases grasses (huile) solides (grignon) et aqueuses (eaux de végétation).

Les systèmes utilisés sont au nombre de trois :

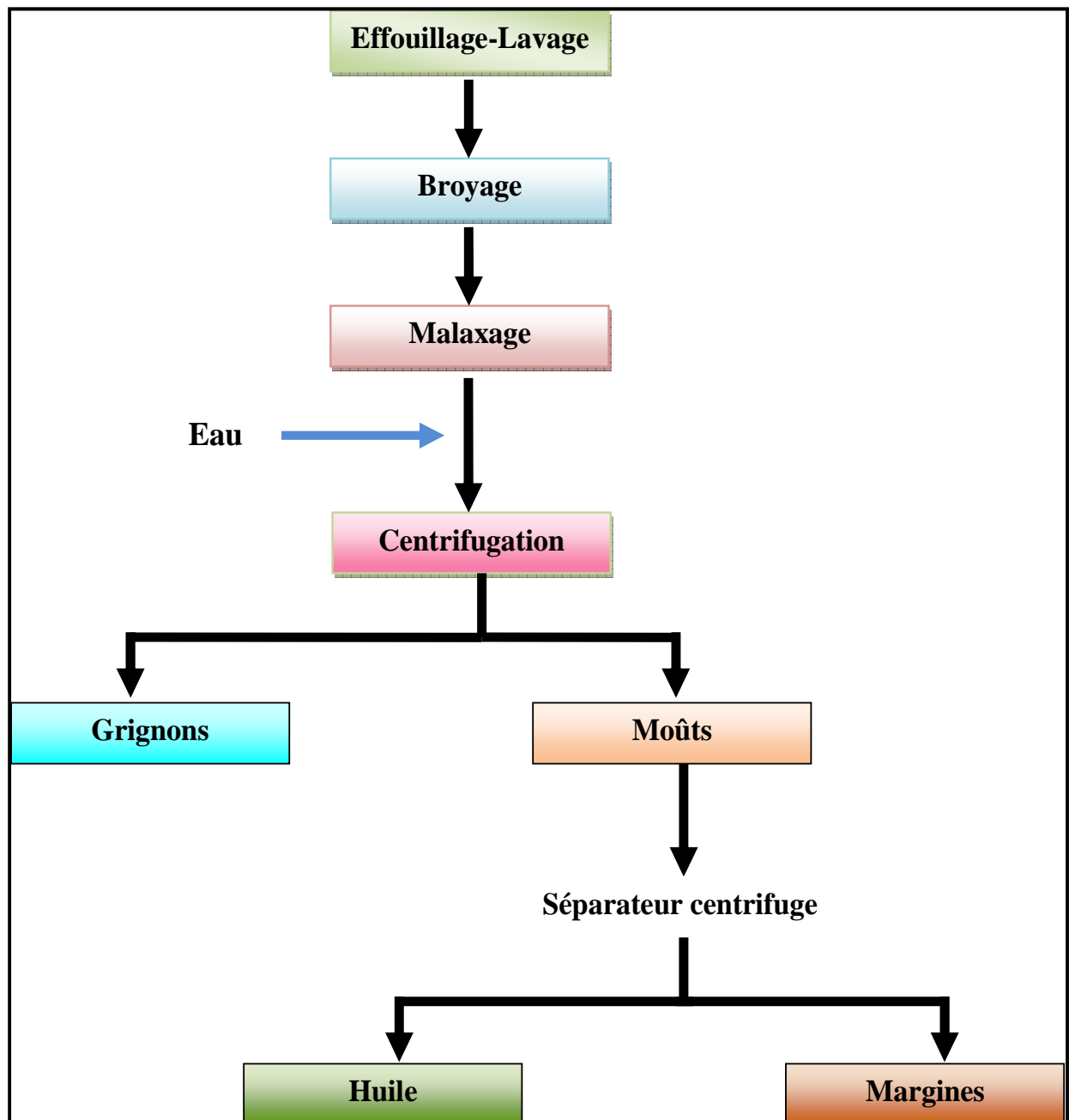
- **SYSTÈME DE PRESSES**
- **SYSTÈME CONTINU À TROIS PHASES**
- **SYSTÈME CONTINU À DEUX PHASES**

• **SYSTÈME DE PRESSES**, ou système traditionnel : Consiste à presser la pâte à l'aide de presses hydrauliques. Il s'agit d'un système "discontinu", dû à la nécessité de procéder selon des "charges" ou des cycles de presse séquentiels.



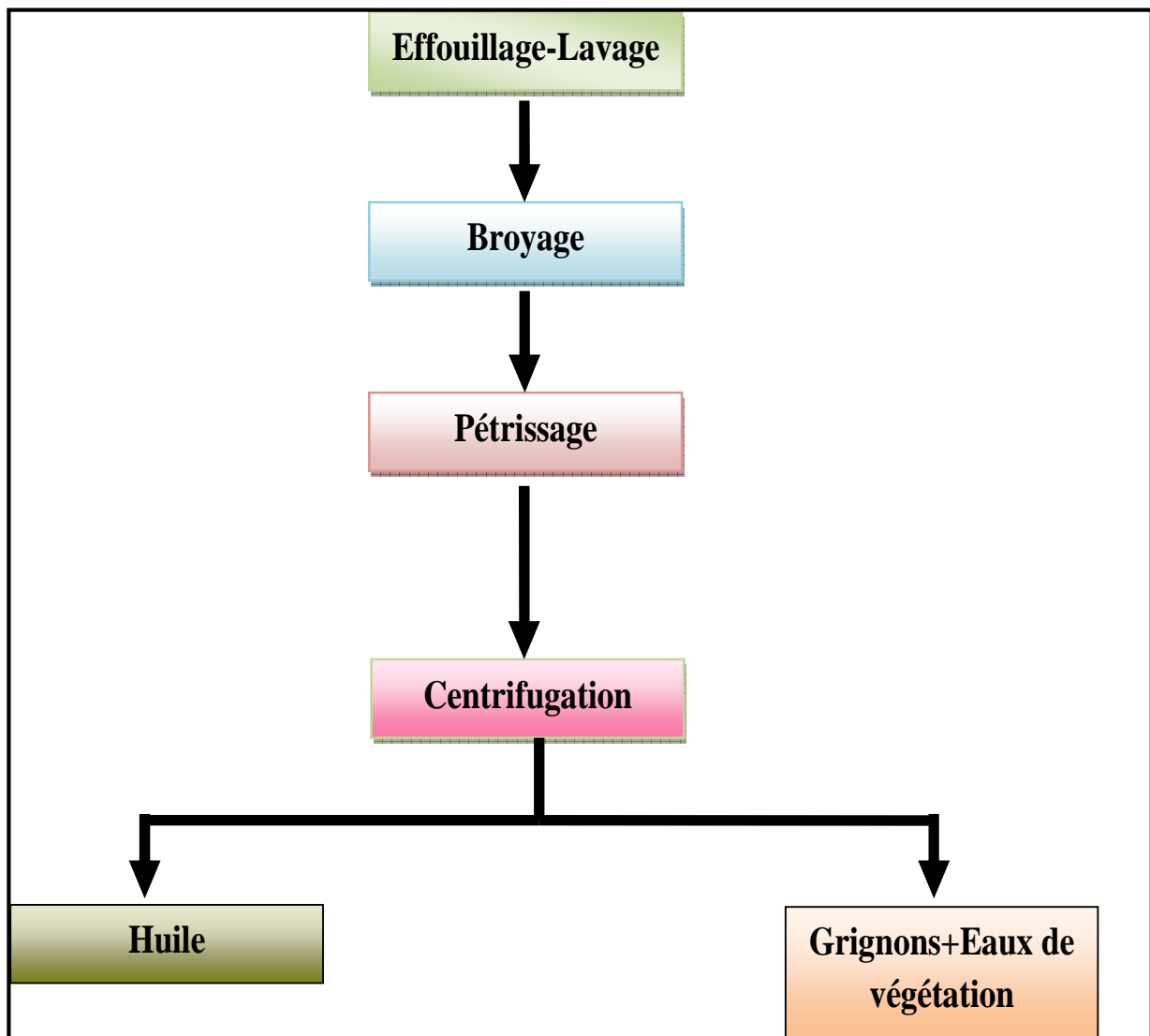
**Figure 3** :Système discontinu d'extraction par pressage.

• **SYSTÈME CONTINU À TROIS PHASES** : séparation huile/masse par centrifugation à l'aide d'une centrifugeuse horizontale appelée "décanteur", qui effectue un travail en continu. Comme dans le cas précédent, le résultat de l'opération est l'huile, la margine, et le grignon ou résidu solide.



**Figure 4 :** Système continu d'extraction avec centrifugation à trois phases.

• **SYSTÈME CONTINU À DEUX PHASES** : variante du système précédent ; ici, le décanteur sépare l'huile et mélange le grignon et les eaux de végétation en une unique phase de consistance pâteuse appelée grignon humide ou grignon à 2 phases.



**Figure 5** :Système continu d'extraction avec centrifugation à deux phases.

## 2) *Composition, Caractéristiques, traitement et impact des margines sur l'environnement :*

La composition chimique des margines est très variable, elle dépend de plusieurs facteurs:

- ❖ Procédés d'extraction d'huile d'olive qui représente l'élément le plus important (*Annaki et al.1999b*).
- ❖ La maturité des olives.
- ❖ La variété de l'olivier.
- ❖ Conditions climatiques.
- ❖ Durée de stockage des olives avant la trituration (*Annaki et al.1999b*).

La majorité des travaux effectués montrent que la composition des margines est caractérisée par leur richesse en eau (83% - 94%), en éléments minéraux (1.5% - 6%) et matière organique (4% - 16%) dont la fraction en composés phénoliques est comprise entre 4.5 et 6.5 kg/m<sup>3</sup> (Trigui. 2008).

Les margines ont un aspect trouble et une coloration brun- rougeâtre à noire. Cette couleur est fonction de l'état de dégradation des composés phénoliques et des olives dont ils dérivent (Hamdi et Ellouz. 1993). Leur pH est acide (4 - 5,5) (C.O.I. 1990 et Levi-Minzi al.1992) et leur salinité élevée est exprimée en conductivité électrique (18 à 50 mS/cm) (Levi-Minzi et al.1992), celle-ci est due surtout aux ions potassium, chlorure, calcium et magnésium. Les effluents d'huileries d'olive ont un pouvoir polluant trop élevé avec une demande biologique en oxygène (DBO5) de 100 g/l et une demande chimique en oxygène (DCO) de 200 g/l (Balice et al.1990). Ces valeurs sont 200 à 400 fois supérieures à celles des eaux municipales (Tabet et al. 2006).

Dans les margines d'olive, seuls quelques microorganismes arrivent à se développer. Ce sont essentiellement des levures et des moisissures. Dans la plupart des cas, il y a absence demicroorganismes pathogènes qui ne posent aucun problème de point de vue sanitaire. Le pouvoir antimicrobien des margines est lié essentiellement à l'action exercée par les phénols monomériques et les pigments bruns ou catéchol mélaninique(Hamdi et Ellouz. 1993). Ces effluents agissent sur les bactéries en dénaturant les protéines cellulaires et en altérant les membranes (Ranalli. 1991a). Ils peuvent inhiber également l'activité des bactéries symbiotiques fixatrices d'azote dans le tube digestif des ruminants en inhibant leur activitéenzymatique.

Paramètres	Unité	Valeurs moyennes	Référence
Ph	Echelle (0-14)	4-5,5	C.O.I. 1990 et Levi-Minzi al.1992
Conductivité	mS/cm	18-50	Levi-Minzi et al.1992
DBO5	g/l	100	Balice et al.1990
DCO	g/l	200	Balice et al.1990

**Tableau 3 :** Caractéristiques physico-chimiques des margines.

➤ **La fraction organique :**

Les margines d'olive ont un pouvoir polluant très important avec une demande biologique en oxygène (DBO) de 100 g./L et une demande chimique en oxygène (DCO) de 200 g/L(Rosario et al., 1999). Ces valeurs sont 200 à 400 fois supérieures à celles des eaux municipales (Cossu et al., 2001). La matière organique des effluents d'huileries d'olive est constituée par des polysaccharides (13-53%), des protéines (8- 16%), des composés phénoliques (2-15%), des lipides(1-14%), des polyalcools (3-10%) et des acides organiques (3-10%) (Fiestas et Borja, 1992). Cette composition résulte de la destruction des tissus de l'olive au cours de la trituration et de l'extraction de l'huile (Cossu et al., 1993 ; Al Mallah et al., 2000; Centi et al., 2000; Chamkha et al., 2001).

La fraction organique donc des margines a une composition très complexe et hétérogène. Différents composés de nature et de concentration très différentes sont présents :

- ❖ Les glucides, les composés azotés et les vitamines
- ❖ Les huiles et les acides organiques
- ❖ Les composés phénoliques

➤ **La fraction minérale :**

La fraction minérale a été complètement analysée par *Salvemini (1985)* et rapportée dans le tableau suivant :

Eléments	Concentrations (mg/l)
Phosphore (P042 <sup>-</sup> )	800,6
Chlore (Cl <sup>-</sup> )	270,2
Sulfate (S042 <sup>-</sup> )	16,68
Sodium	5370,9
Potassium	15295,5
Calcium	1167,6
Magnésium	410,3
Fer	103,4
Aluminium	8,34
Chrome	0,66
Nickel	3,36
Cobalt	1,33
Manganèse	1,66
Cadmium	0,83
Oxyde de silicium (SiO <sub>2</sub> )	41,7
Zinc	10,0

**Tableau 4:** composés minéraux des margines (*Salvemini 1985*).

### 3) *Impact des margines sur l'environnement*

Les grignons ne posent pas de problèmes particuliers pour l'environnement et connaissent à l'heure actuelle diverses voies d'utilisation et de valorisation telles que : la production de charbon, de bois et la possibilité éventuelle d'exploitation des éclats de bois pour la fabrication de la pâte à papier (*Jardak, 1999*).

En revanche, les margines sont caractérisées par une concentration élevée en polyphénols et en matières organiques (*CAMURATI et al., 1984*). Une fois rejetées sans traitement préalable, ces margines auront un impact négatif sur l'environnement, dû à leur pouvoir d'inhiber le développement des plantes et de certains micro-organismes (*FILIDEI et al., 2003*).



### **3.1. Impact des margines sur le sol**

Le caractère visqueux des margines et leur richesse en huile entraînent la formation d'un dépôt imperméable sur le sol et provoque son asphyxie (Berndt et al., 1996). Même si les margines apportent de la matière organique au sol, la richesse de cette matière en composés phénoliques toxiques diminue sa biodégradabilité (Capasso et al., 1995; Zanjari et Nejmeddine, 2001). D'autre part, l'infiltration des composés phénoliques monomériques provenant principalement de la décomposition de la litière végétale (Becking, 1992) en profondeur et l'adsorption des polymères en surface inhibe l'activité biologique dans les différentes couches du sol (Mekki et al., 2006). Levi-Menzi et al., (1992) ont démontré une altération de la composition physico-chimique et une perturbation de la structure initiale de la microflore lors de l'épandage des margines dans le sol. Paredes et al., (1999) et Saviozzi et al., (1991) ont affirmé que la forte charge en sels des margines favorise l'immobilisation de l'azote dans le sol. Pérez et al., (1986) ont prouvé une réduction du magnésium disponible aux plantes, éventuellement, à cause de l'effet antagoniste du potassium. Moreno et al., (1987) ont constaté que la présence des graisses en émulsion produit une couche superficielle imperméable limitant l'aération du sol et inhibant la microflore autochtone. Sierra et al., (2001) ont prouvé que l'infiltration des margines dans le sol provoque la redistribution et la modification du pH, de la conductivité électrique, du contenu organique et inhibe l'activité respiratoire du sol. Le pH acide des margines est souvent à l'origine des modifications dans les caractéristiques du sol. La neutralisation par la chaux est souvent recommandée avant toute application des margines. Cependant, cette addition de chaux risque de provoquer une augmentation progressive de la matière calcaire du sol (Ranalli, 1991b). L'application des margines sur les sols entraîne également des changements de son activité microbienne. Ces changements se manifestent par un déséquilibre dans le nombre des microorganismes nitrifiant et dénitrifiant entraînant un déséquilibre dans les cycles d'azote et du soufre qui deviennent indisponibles pour la nutrition des plantes (Ranalli, 1991a).

### **3.2. Impact des margines sur la nappe et les cours d'eau**

Dans le cas des unités industrielles où le débit est plus important, les margines sont rejetées dans le réseau d'assainissement public, ce qui est l'origine de sérieux problèmes environnementaux (Mendia et al., 1986). Le cas le plus spectaculaire est celui de l'oued Sebou en aval de la ville de Fès qui reçoit les margines de cette ville. En effet, durant la campagne oléicole de 1992, les eaux de l'oued Sebou utilisées pour l'alimentation en eau potable de la ville de Fès, étaient tellement polluées que l'Office National de l'Eau Potable (ONEP) s'est trouvé dans l'obligation d'arrêter trois stations de traitement de l'eau potable et la ville de Fès était sur le point d'un manque d'eau en janvier 1992 (Scandiaconsult, 1992).

L'infiltration d'une faible quantité des composés phénoliques est capable de rendre les eaux souterraines toxiques. Les concentrations en phénols existants dans les margines constituent à elles seules un risque important quand à la pollution des nappes souterraines à la suite des déversements dans les oueds, milieux favorables à l'alimentation directe des nappes. Dans ce contexte, Levi-Menzi et al., (1992) ont constaté que le rejet des margines dans les milieux aquatiques entraîne une diminution de la concentration en oxygène dissous. Les composés phénoliques s'oxydent facilement par l'oxygène du milieu en subissant ainsi une ionisation, ce qui rend le milieu irrespirable avec une asphyxie de toute vie aquatique.

#### ***4) Traitements et Utilisations***

Dans la littérature, on rencontre de multiples solutions de traitement des margines d'olive. Les techniques de traitement des margines sont basées sur différents procédés physiques, chimiques et/ou microbiologiques. Bien qu'il n'existe pas encore de solution parfaite permettant d'éliminer la pollution des margines, certains procédés semblent être plus efficaces que d'autres. Les choix opérés par les décideurs dépendront ainsi des contraintes, du moment et des facteurs multiples et complexes d'ordres socio-économique, technique et politique.

Parmi les applications biotechnologiques on peut citer :

- \* Bassin d'évaporation.
- \* Utilisation comme fertilisant.
- \* Obtention de protéines d'organismes unicellulaires(POU).
- \* Traitements physiques.
- \* Traitement par infiltration/percolation.

##### ***4.1. Les bassins d'évaporation***

Cette procédure d'évacuation consiste à accumuler les eaux résiduelles dans les bassins pour qu'elles s'évaporent; elle permet d'éviter de déverser les margines dans les cours d'eau. L'inconvénient de cette méthode d'évacuation est qu'en essayant d'éviter une pollution hydrique, on risque d'entraîner une pollution de l'environnement en raison des problèmes d'esthétique et de mauvaise odeur que présentent ces bassins d'évaporation.

En général, quand l'évaporation commence dans les bassins, une série de phénomènes biologiques interviennent pour dégrader la matière organique; les agents de cette dégradation sont surtout des bactéries et des levures qui se trouvent à l'origine dans les olives. En fonction de la quantité d'oxygène dissous dans l'eau résiduelle et, par conséquent, disponible pour les microorganismes, la voie de dégradation de la matière organique est aérobie au anaérobie.

##### ***4.2. Utilisation des margines comme fertilisant***

De part leur teneur élevée en minéraux, les margines peuvent être utilisées comme fertilisant. Elles apportent 3,5 à 11kg de  $K_2O$ , 0,6 à 2kg de  $P_2O_5$  et 0,15 à 0,5kg de  $Mg O/m^3$  (*Fiestas Ros de Ursinos, 1986*).

##### ***4.3. Protéines d'organismes unicellulaires***

Les cultures de levures en fermenteurs aérés sur les margines produisent des protéines d'organismes unicellulaires (POU) qui peuvent être employées pour l'alimentation animale.

##### ***4.4. Traitements physico-chimiques***

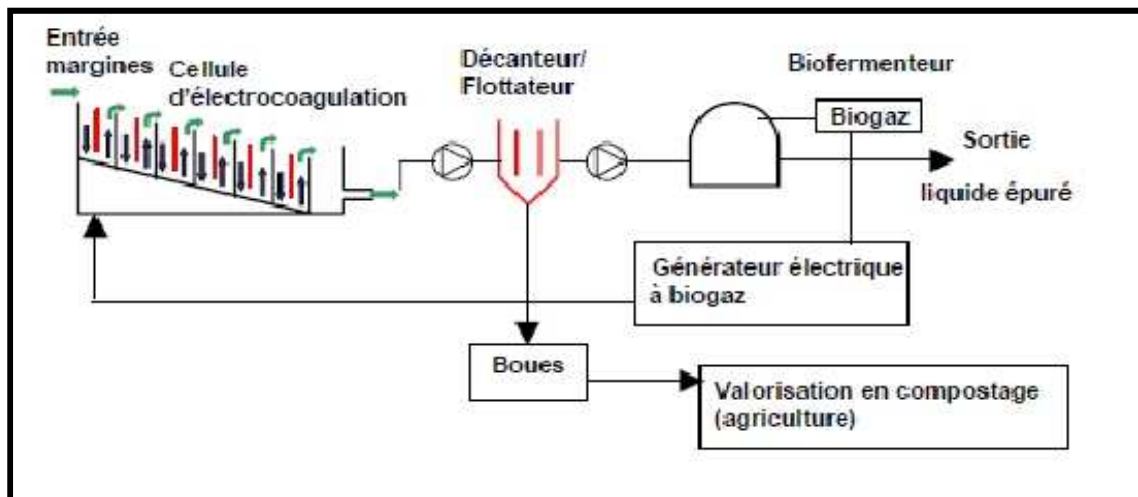
Bien que ce processus ne soit pas le plus adéquat pour épurer une eau résiduelle avec une charge organique élevée, il a été appliqué sur les margines et utilisé comme un prétraitement pour les applications postérieures.

### ➤ Electrocoagulation

L'électrocoagulation est un procédé d'électrolyse qui permet la séparation des margines en boues et en liquides biodégradables. Par ailleurs, les polyphénols et certains autres produits toxiques (métaux lourds) sont éliminés.

Les boues sont extraites et vont au compostage. Les liquides sont acheminés vers le biométhaniseur qui permet la transformation de la matière organique en substances chimiques diverses en condition d'anaérobiose et sous l'action des bactéries présentes dans le milieu (production de gaz).

La figure 3 décrit le schéma général du principe de l'électrocoagulation et biométhanisation pour le traitement des margines.



**Figure 6:** Schéma général du principe de l'électrocoagulation et biométhanisation pour le traitement des margines (Benyahia et Zein, 2003).

### ➤ Coagulation – Flocculation

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 avec certains coagulants.

Le couplage de la chaux ou du sulfate de fer avec des poly-électrolytes cationiques, permet une élimination quantitative de la matière solide en suspension, par contre la réduction de la DCO et des phénols totaux varie entre 10 - 40% et 30 - 80% respectivement. Pour améliorer la dégradation de la matière organique, le coagulant à base de fer est couplé au peroxyde d'hydrogène ce qui augmente la réduction de la DCO jusqu'à 60% (Ginos et al. 2006).

Ce traitement physico-chimique offre une solution partielle et nécessite un traitement secondaire. D'autre part, il produit une grande quantité de déchets qui cause d'autres problèmes environnementaux (Sarika et al. 2005).

### ➤ Procédés membranaires

#### • Ultrafiltration

Ce procédé repose sur la filtration à travers une membrane, permettant ainsi la rétention des macromolécules de masse moléculaire supérieure à 500 g/mol. La séparation se fait sous l'effet d'un gradient de pression de 3 à 10 bars. Les tests d'ultrafiltration ont donné un liquide limpide, une réduction de la DCO et des solides en suspension présents dans les eaux (Zawlotzki, 2004).

Récemment, *Dhaouadi et Marrot (2008)* ont utilisé un bioréacteur équipé d'une membrane d'ultrafiltration, pour le traitement des margines diluées. Ces auteurs ont proposé d'utiliser ce type de traitement en stade de prétraitement pour éliminer les composés phénoliques avant le traitement biologique conventionnel.

- **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 bars. Des essais de traitement des margines ont été réalisés par cette technique, les résultats obtenus ont montré que celles-ci étaient limpides et incolores (*Ranalli. 1991a*).

Ces deux procédés (ultrafiltration et osmose inverse) permettent d'éliminer 100% de la DCO initiale. En revanche, ils nécessitent un prétraitement, une demande énergétique élevée, et une altération rapide des membranes utilisées (*Drouiche et al. 2004*).

- **Ozonation**

L'ozonation constitue le traitement chimique principal, basé sur l'utilisation de l'Ozone ( $O_3$ ) qui est un oxydant puissant, mais il n'est pas capable d'oxyder complètement la charge organique des margines. Plusieurs études (*Mantzavinos et Kalogerakis. 2005*) ont montré que les taux de réduction de la DCO durant l'ozonation, même à des conditions plus favorables, ne dépassent pas 20 à 30%. De ce fait, ces auteurs ont proposé l'utilisation de l'ozonation comme un prétraitement dans le cas des procédés de traitements biologiques des margines.

#### ***4.5. Infiltration-percolation***

L'infiltration-percolation ou infiltration rapide est une technique de traitement des eaux qui consiste à faire passer l'effluent à traiter à travers un sol hautement perméable. Elle est en général réalisée au moyen de bassins d'infiltration remplis de sable.

Les phénomènes physiques, chimiques et biologiques mis en jeu pour le traitement sont :

- La filtration et la sédimentation des particules au niveau des pores du sol.
- L'échange ionique, l'adsorption et la précipitation de sels dissous.
- La biodégradation de la matière organique.

## **CHAPITRE II**

# **MATERIELS ET METHODES UTILISES**

Pour atteindre notre objectif, qui est un traitement tertiaire des margines prétraitées, afin d'améliorer leur qualité en éliminant la couleur sombre et le maximum des éléments dissous, nous avons réalisé un dispositif expérimental basé sur la technique d'infiltration-percolation. Cela réduira le mauvais impact des margines sur les eaux et les sols une fois rejetées dans la nature.

### *I. Dispositif expérimental*

Le dispositif expérimental est constitué de six colonnes (T, C1, C2, C3, C4 et C5) contenant chacune un mélange du sable comme matrice et de chaux, avec différents pourcentages respectivement 5%, 10%, 15%, 20% et 25%. Les colonnes sont fabriquées en PVC opaque de 4,5cm de diamètre et 70cm de hauteur et de 15,9cm<sup>2</sup> de section. Les colonnes sont remplies sur une épaisseur de 5 cm de gravier en haut et en bas et de 50cm du mélange chaux et sable. Le sable mis dans les colonnes est lavé plusieurs fois avec l'eau claire.

L'alimentation des colonnes se fait par des margines diluées à (50 %) avec des eaux usées urbaines et prétraitées. Elle se fait par quatre bâchées quotidiennes de 40mL, espacées de 4 heures, soit 160mL/j. L'écoulement se fait par percolation à travers le substrat. L'eau de percolation est récupérée au moyen d'un entonnoir sur lequel repose chaque colonne.



**Figure 7 :**Photo du dispositif expérimental réalisé.

## **II. Nature de l'échantillon étudié :**

Les margines utilisées ont été prélevées dans une unité moderne d'extraction d'huile d'olive dans la région d'El Kelaâ des Sraghna. Ces margines ont été diluées avec les eaux usées urbaines à 50 % et subies un prétraitement par la technique « filtre imbriqué », avant d'être traitées par les filtres à sable mélangés avec différents pourcentages de chaux.

## **III. Analyses physico-chimique :**

### **1. L'acidité (PH)**

Le pH est mesuré dans une suspension d'effluents d'huileries d'olive à température ambiante. Le pH ou concentration en ions hydrogène, indique le taux d'alcalinité ou d'acidité de l'eau. Il est mesuré par un pH mètre type « CONSORT C933 ».

### **2. Demande chimique en oxygène (DCO)**

La DCO correspond à la consommation d'oxygène nécessaire à l'oxydation complète de la matière organique des margines. Elle est estimée selon la méthode standard (APHA 1992) par une oxydation de la matière organique contenue dans l'échantillon à 150°C par un excès de bichromate de potassium en milieu acide et en présence de sulfate d'argent. L'excès de bichromate de potassium est dosé par colorimétrie à 620 nm.

### **3. Demande biologique en oxygène (DBO5)**

La demande biologique en oxygène (DBO5), intègre la fraction biodégradable de la matière organique des eaux, mettant en jeu les bactéries. Elle est déterminée selon la méthode respirométrique dans une enceinte thermostatée à 20°C (AFNOR, T 90-103), les échantillons de margines ont été préalablement dilués,ensemencés par des eaux usées urbaines et leur pH a été ajusté à pH neutre.

### **4. Conductivité électrique (CE)**

La conductivité électrique est liée étroitement à la concentration des substances dissoutes et à leur nature. Elle est mesurée à l'aide d'un conductimètre de type « WTW LF197 »

### **5. L'orthophosphate (PO4)**

L'orthophosphate est déterminé selon la méthode colorimétrique, par la formation en milieu acide d'un complexe phosphomolybdique, qui se réduit par l'acide ascorbique en un complexe de coloration bleue dont l'intensité est déterminée par spectrophotométrie à 700 nm (AFNOR T 90-023).

## **6. Phosphore total (PT)**

Les margines ont été minéralisées par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur de minéralisation  $K_2SO_4$ . Après l'ajustement du pH entre 1,5-2,5 avec NaOH (3N), le dosage est effectué en suivant le protocole AFNOR, 1983 (T90-023).

## **7. Azote total Kjeldahl (NTK)**

L'azote Kjeldahl (NTK) est déterminé par la minéralisation de l'azote organique des échantillons dans l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur ( $K_2SO_4$ , sélénium). L'azote ammoniacal ainsi formé est ensuite dosé par acidimétrie, après distillation, en présence d'indicateur coloré (rouge de méthyle et bleu de méthylène), selon la norme (AFNOR T90-110).

## **8. Azote ammoniacal ( $NH_4^+$ )**

L'azote ammoniacal (N- $NH_4$ ) est dosé par une technique colorimétrique selon la norme AFNOR (T90-015), (1983), dont le principe est le suivant : L'ion ammonium ( $NH_4^+$ ) se fixe sur une molécule de phénol en présence du chlore. La réaction est catalysée par le nitroprussiate de sodium. Il se forme un complexe de type indophénol qui donne une coloration bleue. La densité optique est mesurée à 630 nm.

## **9. Nitrite ( $NO_2^-$ )**

Les nitrites sont déterminés selon la norme AFNOR (T90-013), 1983 par spectrométrie d'absorption moléculaire à 537 nm ; après diazotation de l' amino-4-benzènesulfonamide (sulfanilamide) et copulation à pH 1,9 avec le dichlorure de N-(naphtyl-1) diamino-1,2-éthane (N-1-naphtyléthylènediamine).

## **10. La coloration**

La coloration a été mesurée par spectrophotométrie à 395 nm après la filtration de l'échantillon sur membrane filtrante à 0,45  $\mu m$



## **CHAPITRE III**

# **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## I. *Caractérisation physico-chimique des margines utilisées*

Le traitement que nous avons réalisé concerne des margines diluées à 50% avec des eaux usées urbaines et prétraitées à l'aide d'un dispositif appelé « filtre imbriqué ».

L'analyse physico-chimique des margines étudiées (Tableau 5) montre que ces effluents ont un pH neutre (7,6) et une charge en matière organique de l'ordre de 3,97 g d'O<sub>2</sub>/L en DCO totale.

La concentration de ces margines en espèces azotées est relativement élevée : elles contiennent 23,8 mg/L en NTK ; 0,15 mg/L NH<sub>4</sub><sup>+</sup> ; 0,26 mg/L en NO<sub>2</sub><sup>-</sup>.

Le tableau (5) suivant donne les détails sur la composition chimique et les caractéristiques physico-chimiques :

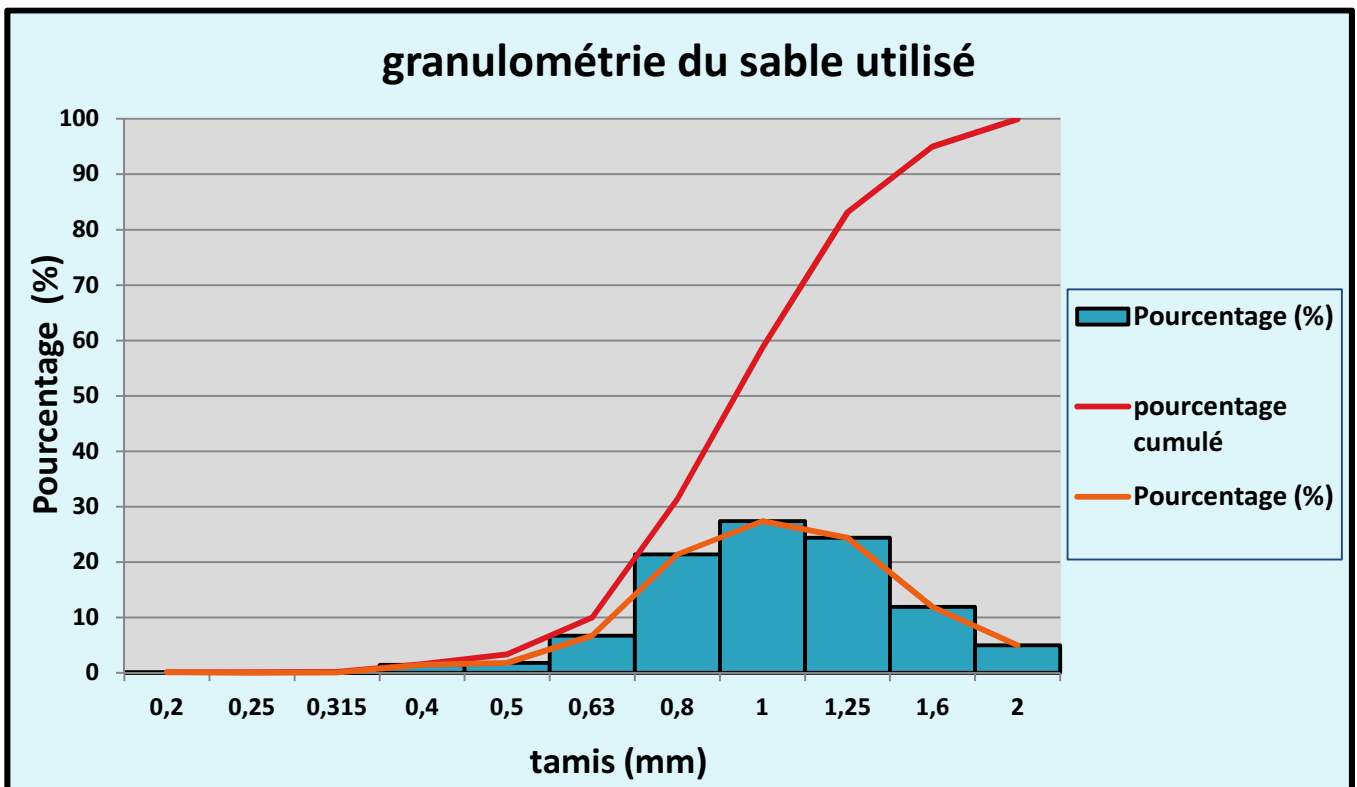
Paramètres	Unités	Moyenne ± écart-type
PH	-	7,57 ± 0,04
Conductivité	μS/cm à 20°C	2625 ± 7,1
Salinité	mg/l	1,2 ± 0
Oxygène dissous	mg/l	0,40 ± 0,01
DCO	g O <sub>2</sub> /l	3,974 ± 0,001
DBO5	g O <sub>2</sub> /l	2,783 ± 0,004
NTK	mg/l	23,80 ± 0,07
Phosphore total	mg/l	0,410 ± 0,001
NH <sub>4</sub> +	mg/l	0,154 ± 0,004
NO <sub>2</sub> -	mg/l	0,260 ± 0,001

**Tableau 5 :** Composition physico-chimique moyenne des margines utilisées.

## II. *Caractéristiques du sable utilisé*

La filtration sur sable constitue une technique assez largement répandue pour épurer les effluents des petites collectivités en raison de la faible dépense énergétique qu'elle entraîne, du peu de technicité demandée pour son entretien et de sa facilité d'intégration au site. Les performances épuratoires des filtres à sable sur le carbone, l'azote Kjeldahl (nitrification), les matières en suspension (MES) et la charge bactérienne sont reconnues.

D'après la classification texturale de HENIN (1969): sable très grossier : (2 – 1 mm) sable grossier : (1 - 0,50 mm) ; sable moyen : (0,50 - 0,20 mm) ; sable fin : (0,20 - 0,10 mm), Le sable utilisé est de texture 100% sableuse constitué de 68,6 % sable très grossier ; 29,8 % sable grossier ; 1,5 % sable moyen ; 0,1 % sable fin.



**Figure 8 :** Graphique de la granulométrie du sable utilisé.

L'histogramme ci-dessus est uni-modale (mode = 27,37%) ce qui renseigne que l'échantillon est homogène.

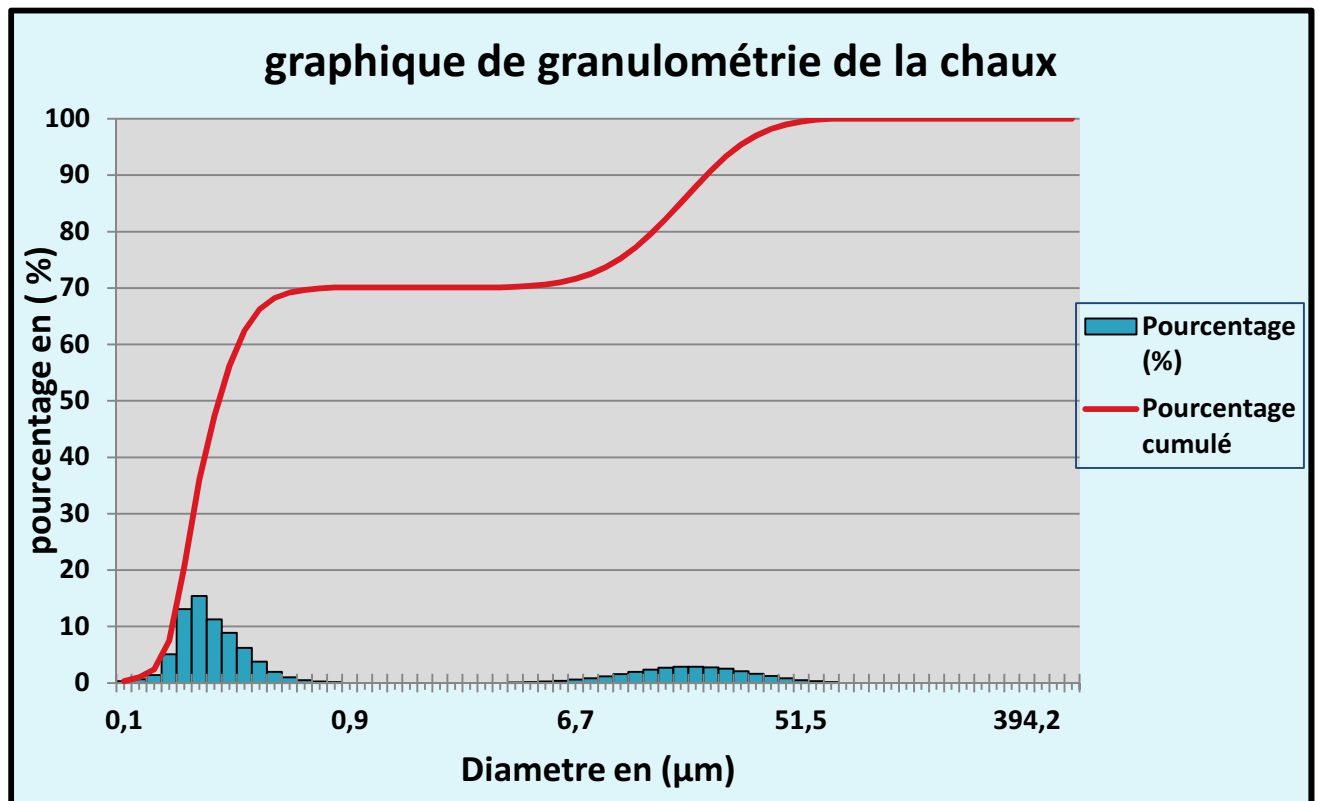
La courbe des fréquences en pourcentages simple est étalée vers la droite, ce qui traduit que l'échantillon est composé essentiellement de la fraction grossière (sable grossier).

La courbe des fréquences en pourcentages cumulés à une forme sigmoïdale ce qui implique de l'échantillon est bien classé.

### ***III. Caractéristiques de la chaux utilisée :***

La chaux  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  est une solution économique, sûre et fiable, largement utilisée dans le traitement des eaux usées et des effluents. Les effluents acides sont traités en utilisant de la chaux pour neutraliser l'acidité à un niveau acceptable dans l'environnement ou les systèmes d'égouts, vu qu'elle a un caractère très basique, et pour enlever les métaux dissous et les sels inorganiques.

La caractérisation de la chaux utilisée est réalisée au moyen d'un granulomètre laser de type « HORIBA LA-300 ».



**Figure 9 :** Graphique de la granulométrie de la chaux utilisée

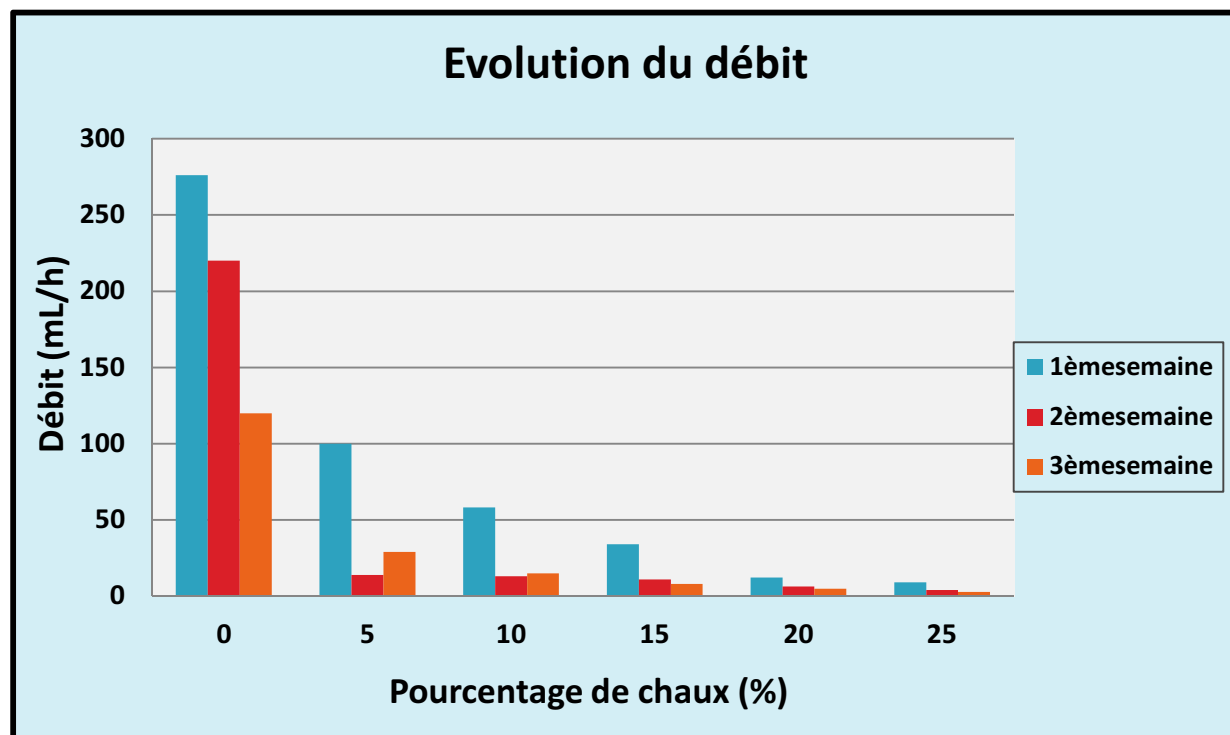
D'après le graphique de la granulométrie ci-dessus, on s'aperçoit que l'histogramme est bimodal, ce qui traduit que nous avons une fraction de grains ayant une taille entre 0,1 et 0,9µm et une fraction de grains dont la taille est comprise entre 6 et 52 µm.

La chaux utilisée est constituée de 70,1% d'argile ; 1,6% de limon fin ; 8,4% de limon moyen ; 13,8% de limon grossier ; 5,7% de limon très grossier et 0,4% de sable très fin.

#### ***IV. Fonctionnement du filtre à sable:***

##### ***1) Aspect hydraulique (débit)***

La figure 10 montre l'évolution du débit en (ml/h) à la sortie des six colonnes en fonction du pourcentage de chaux.

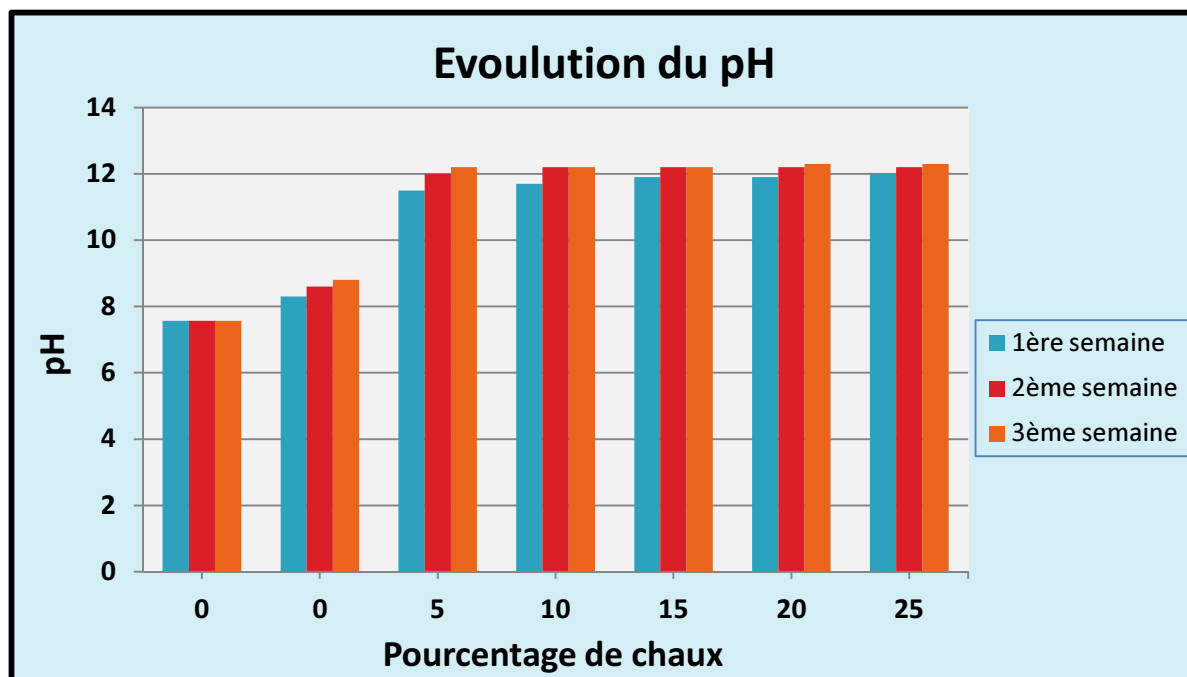


**Figure 10:** Graphique de l'évolution du débit en fonction du pourcentage de chaux.

D'après la figure 10, on remarque que le débit diminue au cours de la percolation en fonction du temps. Aussi, au bout de la troisième semaine, les débits deviennent faibles, indiquant le début du colmatage des filtres. Apparemment, il y a une différence entre les six colonnes du point de vue de leur fonctionnement hydraulique. Cela est dû principalement aux différents pourcentages de la chaux dans chaque colonne.

## 2) *Évolution du pH*

La figure 11 montre l'évolution du pH des margines traitées par les six colonnes en fonction du temps.

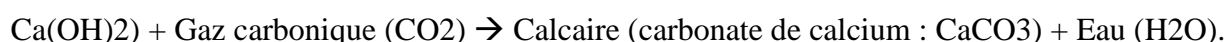


**Figure 11:** Graphique de l'évolution du pH en fonction du pourcentage de chaux.

Le pH des margines brutes est neutre (pH = 7,6), à la sortie des six colonnes il augmente d'une façon remarquable.

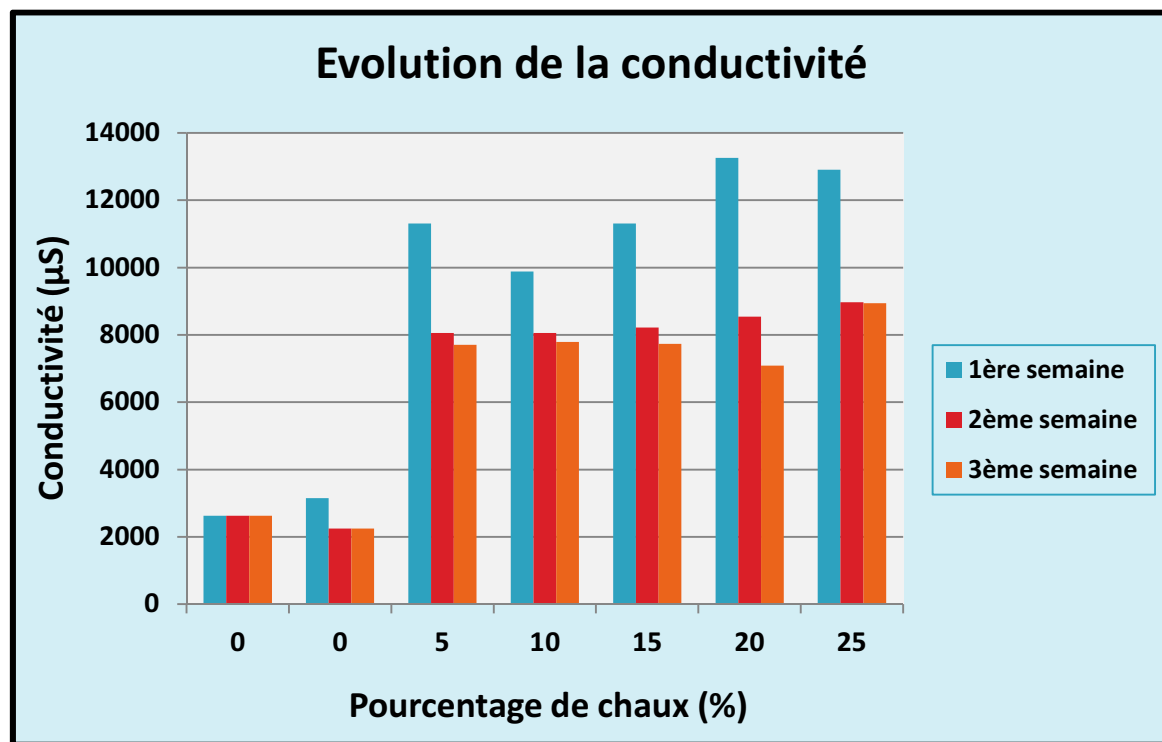
Après sa filtration à travers le sable il atteint 8,8. Cette augmentation peut être due au caractère alcalin du sable et pourrait être aussi le résultat de la fixation des acides organiques, responsables du pH acide des margines.

D'après les valeurs du pH mesurées après la filtration des margines à travers les cinq colonnes contenant les différents pourcentages en chaux, on constate que le pH augmente de plus en plus et atteint une valeur maximale de 12,3. Cela est dû principalement au pouvoir alcalin de la chaux. Comme elle est une substance chimique basique, elle peut assurer l'alcalinité en réagissant avec l'acide carbonique et génère donc du carbonate de calcium et de l'eau selon la réaction de carbonatation suivante :



### 3) *Évolution de la conductivité :*

La figure 12 illustre l'évolution de la conductivité des margines traitées par infiltration à travers les six colonnes en fonction du pourcentage de chaux.



**Figure 12 :** Graphique de l'évolution de la conductivité en fonction du pourcentage de chaux.

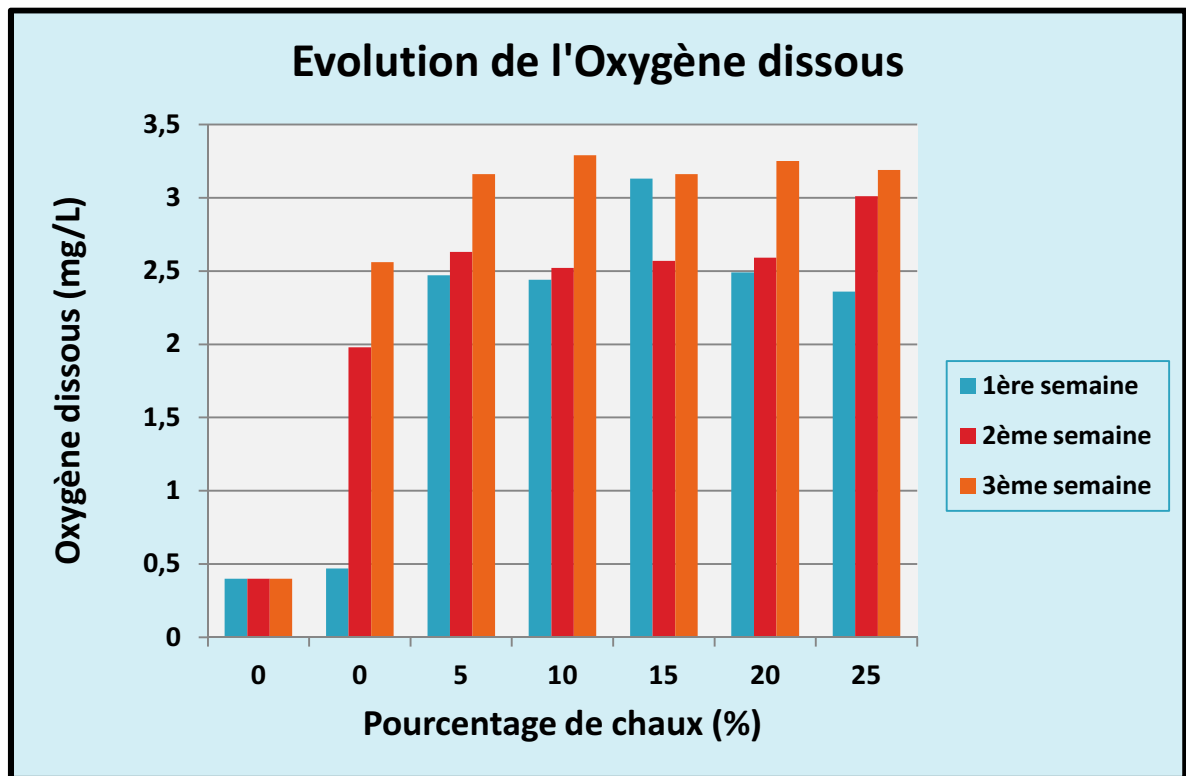
La conductivité électrique des margines, représentant leur degré d'ionisation, connaît une augmentation très importante après leur infiltration à travers le sable et la chaux utilisés. Le graphique 12 montre une différence de conductivité à l'origine pour les six colonnes. Cette différence est due à la filtration des margines par le sable et par le mélange sable-chaux.

Dans le cas du sable pure on remarque une augmentation de la conductivité. Cette augmentation est liée au lessivage des minéraux du sable et à la minéralisation de la matière organique.

Quant au mélange sable et chaux ; on constate une augmentation beaucoup plus importante de la conductivité traduisant la richesse de ces effluents, après leur infiltration, en ions et minéraux dissous, surtout ceux provenant de la chaux ( $\text{Ca}^{2+}$ ).

#### 4) *Évolution de l'oxygène dissous*

L'évolution de l'oxygène dissous dans les margines traitées au moyen des six colonnes est représentée par la figure 13 ci-dessous :



**Figure 13 :** Graphique de l'évolution de l'oxygène dissous en fonction du pourcentage de chaux.

Avant leur infiltration à travers les colonnes, les margines diluées prétraitées avaient une concentration d'oxygène dissous faible (de l'ordre 0.39), cela est dû principalement à la présence de la matière organique, qui en se dégradant consomme l'oxygène.

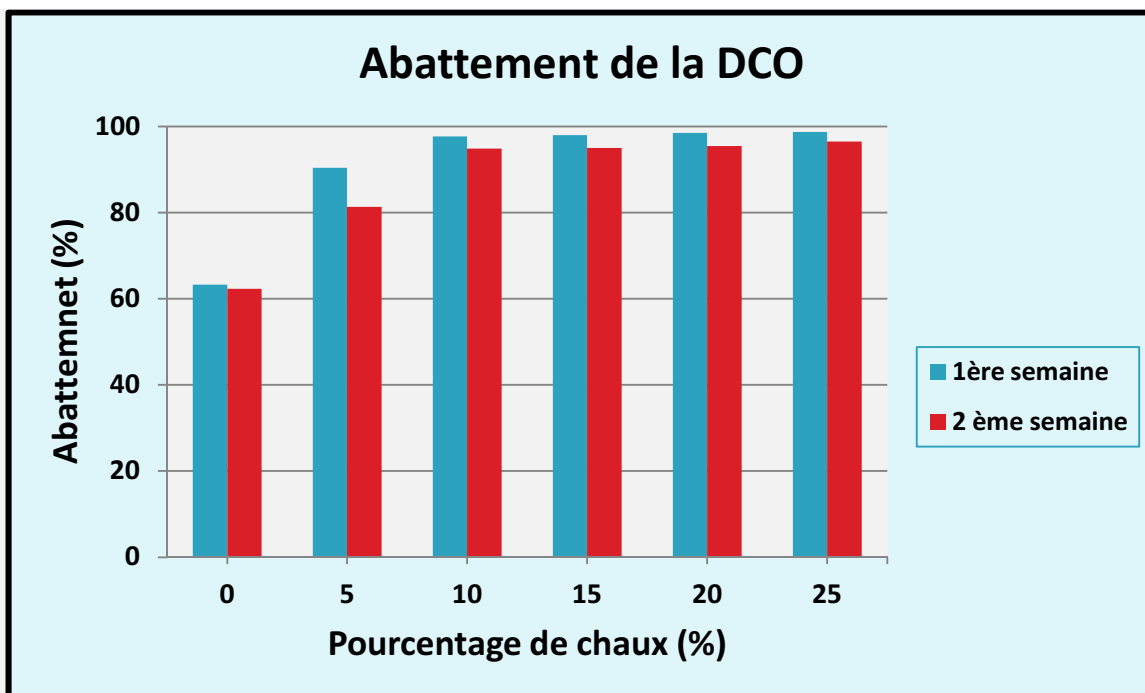
L'infiltration sur sable a permis une oxygénation des effluents, cette augmentation de la concentration en oxygène dissous est fonction du pourcentage de la chaux dans les colonnes.

Ce phénomène peut s'expliquer par la diminution des teneurs en matières organiques mais aussi par les conditions d'aération des filtres qui favorise les échanges avec l'atmosphère.

### 5) Evolution du rendement de l'élimination de la DCO

L'abattement de la DCO en fonction des pourcentages de la chaux et du temps est représenté par le graphique suivant :





**Figure 14 :** Graphique de l'abattement de la DCO.

Concernant la DCO, les taux d'abattement pour les margines traitées par le sable durant la première semaine passe d'environ 63% à 90% par rapport à la première colonne qui contient 5% de la chaux. Cet abattement augmente progressivement avec le pourcentage croissant en chaux atteignant environs 99% d'élimination dans la colonne C5 (25% chaux).

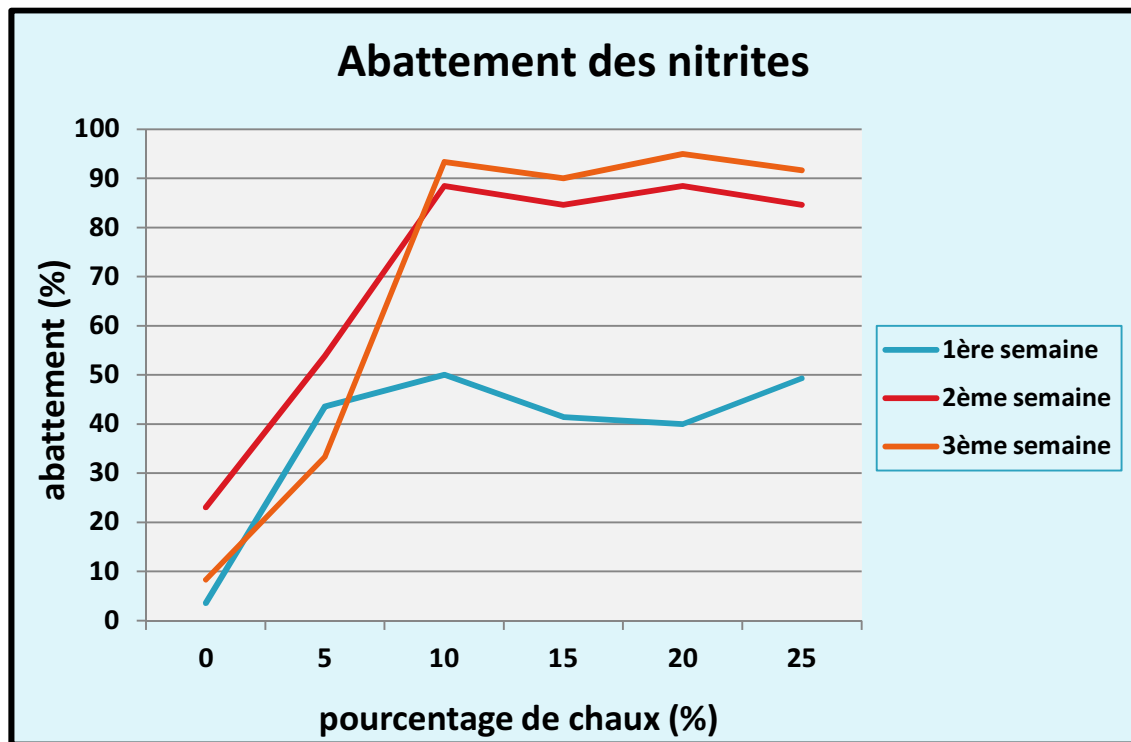
Au cours de la deuxième semaine, on constate le même scénario mais avec un taux moins important. Cela est expliqué par la diminution de la fonction épuratrice de ces filtres en fonction du temps à cause de la saturation.

L'élimination de la DCO totale fait intervenir des phénomènes physiques (sédimentation, filtration des formes particulières) et peut être des phénomènes de dégradation biologique des formes dissoutes.

## 6) *Elimination des formes azotées :*

### a. Abattement des Nitrites:

Le graphique ci-dessous représente l'abattement des nitrites des margines traitées durant les trois semaines.



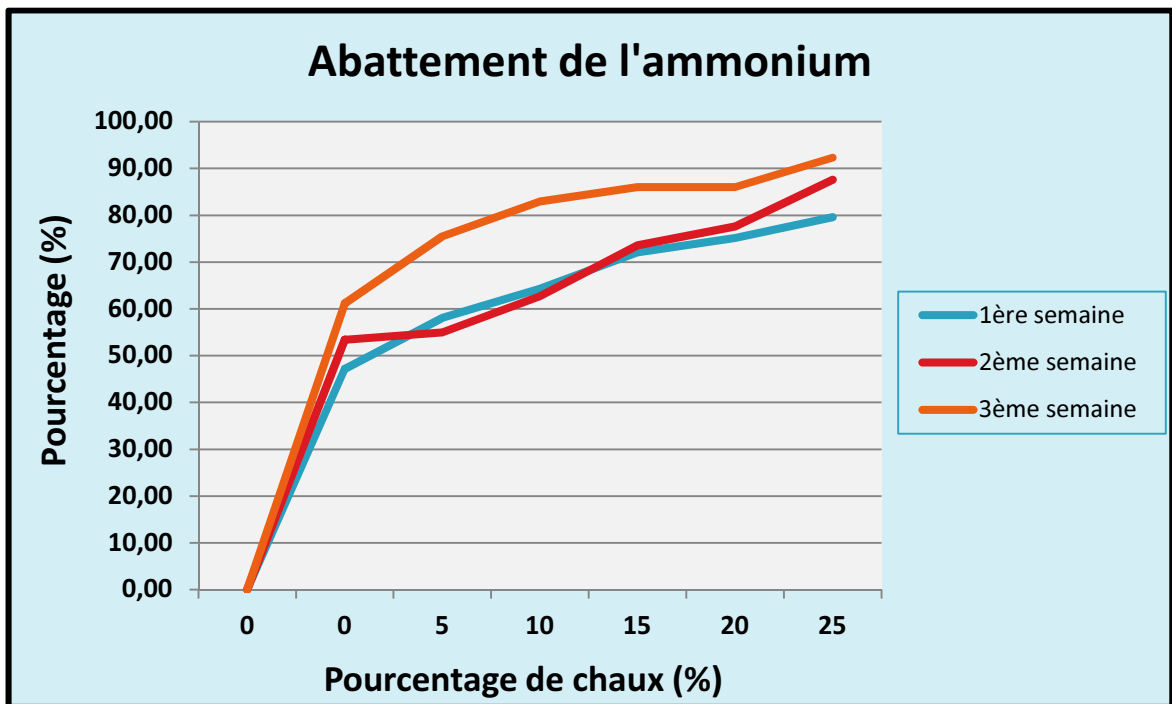
**Figure 15 :** Graphique de l'abattement des nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ).

On s'aperçoit que les taux d'abattement des nitrites pour les margines traitées par le sable durant la première semaine passent d'environ 3% (T) à 43% (1C). Cet abattement augmente progressivement avec le pourcentage croissant en chaux atteignant environ 49% d'élimination dans la colonne C5 (25% chaux).

L'allure des courbes correspondant aux 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> semaines montre qu'en général le taux d'abattement augmente de plus en plus et atteint un maximum de 95%. Cette réduction peut être expliquée par l'oxydation des nitrites en nitrates.

#### **b. Abattement de l'Ammonium :**

Le taux d'abattement de l'ammonium à durant trois semaines est traduit par le graphique suivant :

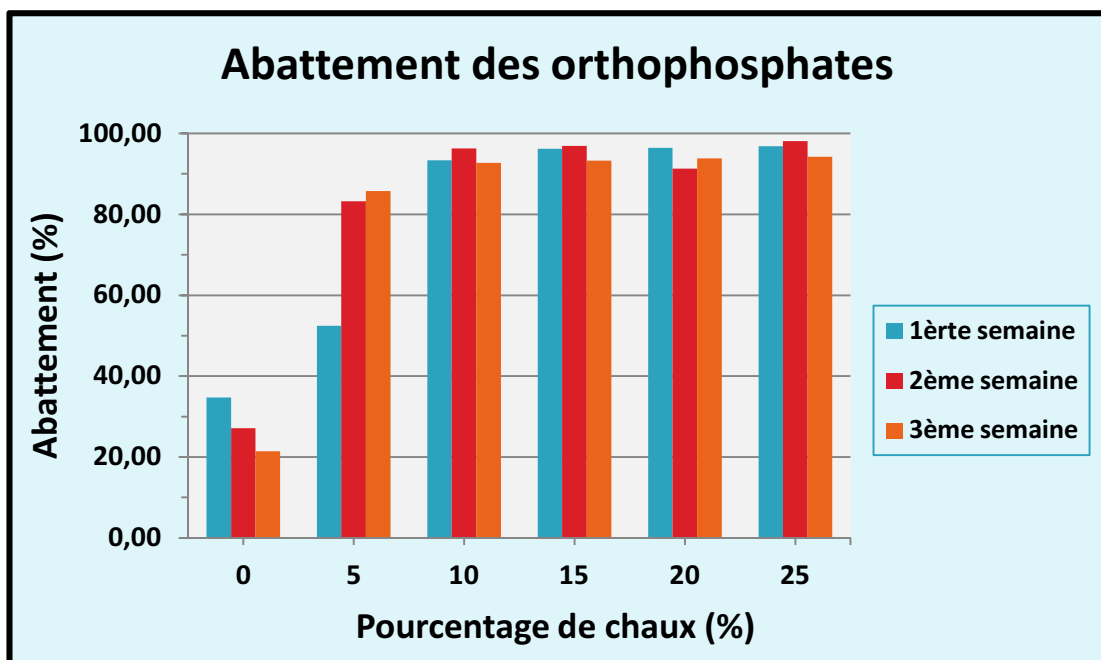


**Figure 16 :** Graphique de l'abattement de l'ammonium( $\text{NH}_4^+$ ).

D'après la figure 16, on observe une augmentation importante de l'abattement des ions ammonium en examinant les marges infiltrées à travers les colonnes. L'évolution de l'ammonium est similaire à celle des nitrites.

Les ions ammoniums peuvent être éliminés en grande partie par adsorption sur les particules du sable et les particules organiques (OUAZZANI, 1998) avant de subir une nitrification vu l'aération des filtres.

### 7) Abatement des Orthophosphates :



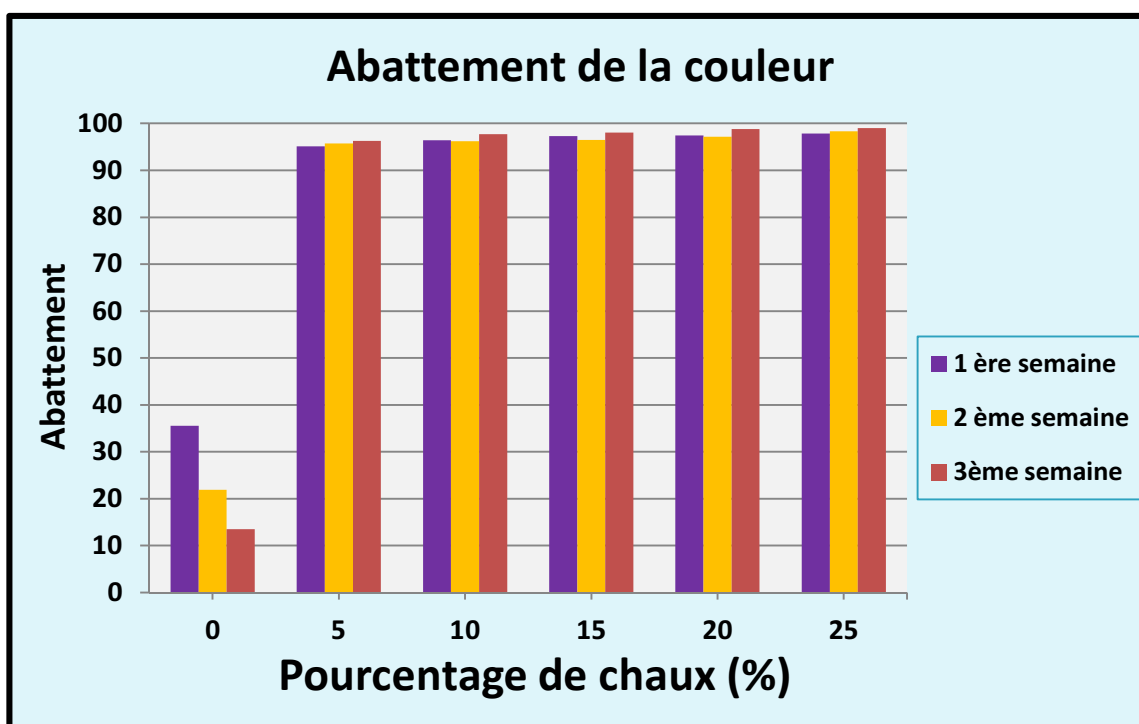
**Figure 17 :** Graphique de l'abattement des orthophosphates.

Pour les orthophosphates, l'abattement pour les margines traitées par le filtre témoin (sable seul) est moins important et il évolue d'une manière croissante jusqu'à la colonne C2 (10% chaux) où il devient plus ou moins stable (93 à 98%).

Au cours de la 3<sup>ème</sup> semaine, l'abattement commence à diminuer cela peut s'opérer facilement en examinant les colonnes T, C2, C3 et C5.

La précipitation des ions phosphates ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) est directement liée à la quantité de calcium (Ca) par unité de volume du sol ; Les ions calcium  $\text{Ca}^{2+}$  réagissent avec les ions phosphate  $\text{PO}_4^{3-}$  et donnent un précipité de phosphate de calcium  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ . (Faulkner et Richardson, 1989 ; Olila et Reddy, 1995).

### 8) La couleur :



**Figure 18 :** Graphique de l'abattement de la couleur.

Le graphique montre qu'après l'infiltration des margines à travers la 1<sup>ère</sup> colonne contenant le sable, on obtient une faible réduction de la couleur qui diminue rapidement au cours de trois semaines.

Cependant, les colonnes contenant la chaux présentent une meilleure élimination de la couleur sombre des margines. La qualité de cette élimination devient de plus en plus bonne en augmentant le pourcentage de la chaux dans ces colonnes.

La couleur des margines était brun-rougeâtre à noire. Cette couleur est fonction de l'état de dégradation des composés phénoliques et des olives dont ils dérivent (Hamdi et Ellouz, 1993). Le sable et la chaux donc ont un pouvoir épuratoire qui réduit la concentration en matières organiques et en composés phénolique.

La photo qui suit confirme ces constatations.



**Figure 19** :Photo illustrant les marges après infiltration sur les colonnes.

# CONCLUSION

Pendant la période de stage, le travail a été réparti sur deux aspects, d'une part de réaliser la caractérisation physico-chimique des margines et d'autre part de suivre le fonctionnement du pilote constitué des colonnes à sable mélangé avec différents pourcentages de chaux.

L'utilisation du pilote pour le traitement des margines a donné de bonnes performances en termes d'élimination des matières organiques et des nutriments pendant une période de trois semaines. Les résultats obtenus montrent une importante réduction de la matière organique DCO (98,7 %). Cette importante réduction est due à la dégradation de la matière organique. Le pourcentage moyen d'élimination de nitrite et ammonium par le pilote atteint respectivement (95%) et (92,3%), cette importante diminution est due en grande partie aux processus de nitrification et dénitrification. La réduction moyenne des orthophosphates (98 %) est due principalement à l'adsorption du phosphore sur la chaux et sur les colloïdes du sable.

En se basant sur les résultats obtenus lors de cette étude, nous pouvons conclure que cette technique de traitement des margines a montré des performances épuratoires importantes dans l'élimination de la matière organique et les éléments azotés. Cependant, l'utilisation de la chaux augmente le pH d'une façon remarquable.

Ce travail constitue une ébauche pour des études approfondies sur l'adsorption des composés organiques sur les particules du sable et ceux de la chaux. Il reste à améliorer la capacité de rétention de chaque matériau et de mettre en évidence les facteurs qui peuvent intervenir positivement sur l'adsorption et sur le pH.

## Référence bibliographique :

- ❖ **ACHAK A., N. OUZZANI, A. YAACOUBI et L. MANDI (2008).** Caractérisation des margines issues d'une huilerie moderne et essai de leur traitement par coagulation-floculation par la chaux et le sulfate d'aluminium. *Rev. Sci. Eau*, 21, 53-57.
- ❖ **AFNOR (1983).** Recueil de normes françaises : eau, méthodes d'essai, 2e Édition, Paris, France, 621 p.
- ❖ **Annaki A., Chaouch Met Rafiq M. (1999b).** Influence de la durée de stockage des olives sur l'évolution de la composition des margines. *L'eau. L'industrie. Les nuisances.* 218, 24-28.
- ❖ **Achkari-Begdouri, A. (1994).** Problématiques des margines produites par les huileries et possibilités de valorisation et de traitement. Ministère de l'intérieur, Maroc.
- ❖ **Balice V, Carrieri C. et Cera O. (1990).** Caratteristiche delle acque di vegetazione. *Rivista Italiana Sostanze Grasse.* 67, 9-16.
- ❖ **Becking, J.H. (1992).** The family Azotobacteriaceae. In: *The Prokaryotes*, second ed. A Handbook on the Biology of Bacteria: Ecophysiology, Isolation, Identification, Application. Editeurs: Balows, A., Truper, H.G., Dworkin, M., Harder, W., Schleifer, K.H. vol. 4. Springer-Verlag, Berlin, Germany: 3144-3170.
- ❖ **Bousdira, L., (2004).** Contribution à la dépollution des eaux des huileries d'olive de la région d'El Milia (site de BELLARA) par oxydation catalytique au peroxyde d'hydrogène et par voie électrochimique. Mémoire d'ingénieur d'état en Génie de l'Environnement. Université de Boumerdes.
- ❖ **COI (2001).** Le marché international de l'huile d'olive. *Olivae* 85, 22-25.
- ❖ **Cossu R., Blakey N., Cannas P., 1993.** Influence of co-disposal of municipal solid waste and olive vegetation water on anaerobic digestion of sanitary landfill. *Water Sciences Technology.* 27: 261-271.
- ❖ **Cossu R., Haarstad K., Lavagnolo M. C. et Littarru P., 2001.** Removal of municipal solid waste COD and NH<sub>4</sub>-N by phyto-reduction: A laboratory-scale comparison of terrestrial and aquatic species at different organic loads. *Ecological Engineering.* 16: 459-470.
- ❖ **Dhaouadi H et Marrot B. (2008).** Olive mill wastewater treatment in a membrane bioreactor: process feasibility and performances. *Chemical engineering journal*, doi:10.1016/j.cej.2008.04.017.
- ❖ **Drouiche M, Le Mignot V, Lounici H, Belhocine D, Grib H, Pauss A et Mameri N. (2004).** A compact process for the treatment of olive mill wastewater by combining of and UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> techniques. *Desalination* 169, 81-88.
- ❖ **FAO (2003).** Graines, noix et amandes oléagineuses. *FAO Bull. Stat.*, 4, 75 p.
- ❖ **Fiestas Ros de Ursinos J.A. (1981).** Différentes utilisations des margines. Actes du Séminaire International sur la valorisation de sous-produits de l'olivier. Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture (FAO). 93-110. Tunisie.
- ❖ **Fiestas J.A. et Borja R., 1992.** Use and treatment of olive mill wastewater: Current situation and prospects in Spain. *Grasas y Aceites.* 43: 101-106.
- ❖ **FILIDEI S., G. MASCIANDRO et B. CECCANTI (2003).** Anaerobic digestion of olive oil mill effluents: Evaluation of wastewater, the organic load and phytotoxicity reduction. *Water, Air Soil Pollut.*, 145, 79-94.

- ❖ **Ginos A, Manios Tet Mantzavinos D. (2006).** Treatment of olive mill effluents by coagulation-flocculation- hydrogen peroxide oxidation and effect on phytotoxicity. *Journal of Hazardous Materials*. 133, 135-142.
- ❖ **HAMDI M. (1992).** Toxicity and biodegradability of olive mill wastewater's in batch anaerobic digestion. *Appl. Biotechnol.*, 2, 155-163.
- ❖ **Hamdi M. et Ellouz P. (1993).** Treatment of detoxified olive mill wastewater's by anaerobic filter and aerobic fluidized bed processes. *Environ. Technol.* 14, 183-188.
- ❖ **HENIN (1969).** Les bases de la production végétale, Tome I : le sol. Dans : *SOLTNER D. (1990) Phytotechnie générale*. 18<sup>e</sup> édition, Collection Sciences et Techniques agricoles, 466 p.
- ❖ **Kestioğlu, K., Yonara, T., Azbar, N. (2005).** Feasibility of physico-chemical treatment and Advanced Oxidation Processes (AOPs) as a means of pretreatment of olive mill effluent (OME). *Process Biochemistry*, 40, 2409–2416.
- ❖ **Levi**
- ❖ **Minzi R, Saviozzi R, Riffaldi A. et Falzo L. (1992).** L'épandage au champ des margines: effets sur les propriétés du sol. *Olivae*. 40, 20-25.
- ❖ **Mantzavinos Det.**
- ❖ **Kalogerakis N. (2005).** Treatment of olive mill effluent: Part I. Organic matter degradation by chemical and biological processes. *Environment International*. 31, 289-295.
- ❖ **MEKKI A., A. DHOUB et S. SAYADI (2007).** Polyphénols dynamics and phytotoxicity in a soil amended by olive mill wastewaters, *J. Environ. Manage.*, 84, 134-140.
- ❖ **Mendia, L., Carbone, P., Antonio, G., Mendia, M., (1986).** Treatment of olive oil wastewaters. *Wat. Sci. Tech.*, 18, 125-136.
- ❖ **MORENO E., J. PEREZ, A. RAMOS-CORMENZAN, J. MARTINEZ (1987).** Antimicrobial effect of waste water from olive oil extraction plants selecting soil bacteria after incubation with diluted waste. *Microbios*, 51, 169-174.
- ❖ **Nefzaoui A. (1987).** Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits. Séminaire sur l'économie de l'olivier. Tunis
- ❖ **OUAZZANI N. (1998).** Traitement extensif des eaux usées sous climat aride en vue d'une réutilisation en agriculture. Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences Semlalia, Université Cadi Ayyad, Marrakech, Maroc, 221 p.
- ❖ **RANALLI A. (1991a).** L'effluent des huileries d'olive : Propositions en vue de son épuration. Références aux normes italiennes en la matière. Première partie. *Olivae*, 37, 30-39.
- ❖ **RANALLI A., (1991b).** L'effluent des huileries d'olive : propositions en vue de son épuration. Références aux normes italiennes en la matière. Troisième partie. *Olivae*, 39, 18-34.
- ❖ **Rosario L., Ana R., Bernardo M., Gerardo A.C. et Antonio G., 1999.** Biodegradation of olive mill wastewaters (OMW) by strains of *Scopulariopsis* spp. isolated from OMW-contaminated habitats. *Toxicology and Environmental Chemistry*. 72: 127-134.
- ❖ **Sarika R, Kalogerakis N et Mantzavinos D. (2005).** Treatment of olive mill effluents: Part II. Complete removal of solids by direct flocculation with poly electrolytes. *Environ. Int* 31, 297-304.
- ❖ **SAYADI S., R. ELLOUZ (1995).** Roles of lignin peroxidase and manganese peroxidase from *Phanerochaete chrysosporium* in the decolorization of olive mill wastewaters, *Appl. Environ. Microb.* 61, 1098-1103.
- ❖ **SIERRA J., E. MARTI, G. MONTSERRAT, R. CRUANAS et M.A. GARAU (2001).** Characterisation and evolution of a soil affected by olive oil mill wastewater disposal, *Sci. Total Environ.*, 279, 207-214.
- ❖ **Trigui A. (2008).** Etude en vue d'élaboration d'un plan d'action pour l'utilisation énergétique des sous-produits de l'oléiculture en Tunisie. PNUD-Tunisie. Projet(00058135).



- ❖ **VITOLO S., L. PETARCA, B. BRESCI (1999).**Treatment of olive oil industry wastes, *Bioresour. Technol.*, 67, 129-137.
- ❖ **ZawlotzkiGuivarchE.(2004).**Traitementsdespolluantsorganiquesenmilieuaqueuxparprocédéélectrochimique d'oxydation avancée « Electro-fenton ». Application à la minéralisation descolorantssynthétiques. Thèse de doctorat. Université de Marne- la-Vallée.

# Annexes

## **I. Liste des abréviations :**

**C.O.I.** : Conseil Oléicole Internationale.

**Ha** : Hectare.

**NTK** :L'Azote Total Kjeldahl.

**ANOVA** :L'analyse de la variance (analysis of variance) est un test statistique permettant de vérifier que plusieurs échantillons sont issus d'une même population.

**PVC** : Polychlorure de vinyle : tuyaux de canalisation.

**MDP** : margines diluées prétraitées.

**CNEREE** : Centre National d'Etudes et de Recherches sur l'Eau et l'Energie.

**PT** : Phosphore Total.

**AFNOR** : Association Française de Normalisation.

**DCO** : Demande Chimique en Oxygène.

**DBO5** : Demande Biologique en Oxygène pendant 5 jours.

**ONEP** : Office Nationale de l'Eau Potable.

**POU** : Protéine d'Organismes Unicellulaires.

## **II. Liste des figures :**

**Figure 1** : Répartition des producteurs de l'huile d'olive dans le monde (*Association Française Interprofessionnelles De l'Olive 2012*)

**Figure 2** : Principales aires de production des olives au Maroc (Achkari-Begdouri,1994).

**Figure 4** :Système continu d'extraction avec centrifugation à trois phases.

**Figure 5** :Système continu d'extraction avec centrifugation à deux phases.

**Figure 6** : Schéma général du principe de l'électrocoagulation et biométhanisation pour le traitement des margines (*Benyahia et Zein. 2003*).

**Figure 7** :Photo du dispositif expérimental (colonnes).

**Figure 8** : Graphique de la granulométrie du sable utilisé.

**Figure 9** : Graphique de la granulométrie de la chaux utilisée

**Figure 10** : Graphique de l'évolution du débit en fonction de temps.

**Figure 11** : Graphique de l'évolution du pH en fonction de temps

**Figure 12** : Graphique de l'évolution de la conductivité en fonction de temps.

**Figure 13** : Graphique de l'évolution de l'oxygène dissous en fonction de temps

**Figure 14** : Graphique de l'abattement de la DCO.

**Figure 15** : Graphique de l'abattement des nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ).

**Figure 16** : Graphique de l'abattement de l'ammonium ( $\text{NH}_4^+$ ).

**Figure 17** : Graphique de l'abattement des orthophosphates.

**Figure 18** : Graphique de l'abattement de la couleur.

**Figure 19** : Photo illustrant les margines après infiltration sur les colonnes.

### **III. Liste des tableaux :**

**Tableau 1 :** Classement prévu en 2013/2014 des 10 premiers pays producteurs d'huile d'olive et volumes produits (en milliers de tonnes) au cours des trois dernières campagnes.

**Tableau 2 :** Zones oléique eu Maroc.(Hamdi ;10/04/2009)

**Tableau 3 :** Caractéristiques physico-chimiques des margines.

**Tableau 4 :** composés minéraux des margines (Salvemini 1985).

**Tableau 5 :** Composition physico-chimique moyenne des margines utilisées.

#### ***IV. Présentation du CNEREE :***

La création du Centre National d'Etudes et de Recherches sur l'Eau et l'Energie (CNEREE) dans le cadre du plan quinquennal 2000-2004 par le Ministère de l'Enseignement Supérieur de la Formation des Cadres et de la Recherche Scientifique, en tant que structure de recherche/développement, s'inscrit dans le cadre de la politique générale que se trace l'Université Cadi Ayyad pour s'intégrer dans l'espace socio-économique du pays. Ceci traduit une volonté d'accompagner les efforts de développement accomplis et de faire de l'Université un instrument d'épanouissement technologique et socio-économique.

Deux thèmes essentiels sont considérés prioritaires pour le CNEREE compte tenu de leurs impacts socio-économiques et des problématiques qu'ils représentent. Il s'agit de la thématique de l'eau et celle de l'énergie, qui, dans un pays tel que le Maroc où la rareté de ces deux ressources s'exprime de manière structurelle et pénalisante sur l'économie nationale, interpelle l'Université à multiple égard :

- Amélioration de la connaissance,
- Développement de technologies appropriées,
- Transfert du savoir faire et des technologies
- Approches socio-économiques,
- Maîtrise globale de ces ressources

Il est certain que d'autres organismes interviennent dans les deux secteurs ciblés par le centre (départements ministériels, établissements publics ou encore des organismes privés..). Cependant un besoin réel se fait de plus en plus sentir pour la mise en place d'une entité qui servirait de relais entre la communauté scientifique et le milieu **socio-économique**. C'est précisément ce rôle que se fixe le CNEREE, qui se propose de renforcer le lien entre la communauté des chercheurs et le milieu socio-économique agissant dans les deux domaines l'Eau et l'Energie. Il s'agit d'une approche « recherche et développement » qui vise à faire bénéficier les acteurs de développement des résultats de la recherche et à orienter la recherche vers les préoccupations du développement.

#### **Laboratoires du centre :**

**Laboratoire de Sciences et Techniques de l'eau :** Dont l'objectif est de répondre aux besoins de caractérisation physico-chimique et micro-biologique des eaux. Ce laboratoire sera mis au service des laboratoires associés et fournira des prestations de services à la demande du tiers.

**Laboratoire d'énergie et efficacité énergétique :** Ce laboratoire a son programme propre de recherche/développement mais servira également comme relais et interface entre les opérateurs socioéconomiques, particulièrement les industries, et les laboratoires associés.

## V. Résultats des Analyses sous forme de tableaux.

Colonne	T	1C	2C	3C	4C	5C
Pourcentage de la chaux (%)	0	5	10	15	20	25
1 <sup>ème</sup> semaine	276	100	58,3	34	12,2	9,15
2 <sup>ème</sup> semaine	220	14	13	11	6,3	4
3 <sup>ème</sup> semaine	120	29	15	8	5	2,9

Évolution du débit des six colonnes en fonction du temps.

Colonnes	MDP	T	C1	C2	C3	C4	C5
Pourcentage de chaux (%)	0	0	5	10	15	20	25
1 <sup>ère</sup> semaine	7,57	8,3	11,5	11,7	11,9	11,9	12
2 <sup>ème</sup> semaine	7,57	8,6	12	12,2	12,2	12,2	12,2
3 <sup>ème</sup> semaine	7,57	8,8	12,2	12,2	12,2	12,3	12,3

Évolution du pH dans les six colonnes en fonction du temps.

Colonnes	MDP	T	C1	C2	C3	C4	C5
Pourcentage de chaux (%)	0	0	5	10	15	20	25
1 <sup>ère</sup> semaine	2625	3150	11310	9880	11310	13260	12910
2 <sup>ème</sup> semaine	2625	2243	8053	8053	8223	8543	8971
3 <sup>ème</sup> semaine	2625	2241	7701	7791	7731	7091	8943

Évolution de la conductivité dans les six colonnes en fonction du temps.

Colonnes	MDP	T	C1	C2	C3	C4	C5
Pourcentage de chaux (%)	0	0	5	10	15	20	25
1 <sup>ère</sup> semaine	0,40	0,47	2,47	2,44	3,13	2,49	2,36
2 <sup>ème</sup> semaine	0,40	1,98	2,63	2,52	2,57	2,59	3,01
3 <sup>ème</sup> semaine	0,40	2,56	3,16	3,29	3,16	3,25	3,19

Évolution de l'oxygène dissous dans les six colonnes en fonction du temps.

Tamis	Masse(g)	Pourcentage (%)	Pourcentage cumulé
>2	4,95	4,95	4,95
1,6	11,9	11,9	16,85
1,25	24,395	24,395	41,245
1	27,37	27,37	68,615
0,8	21,357	21,357	89,972
0,63	6,663	6,663	96,635
0,5	1,765	1,765	98,4
0,4	1,412	1,412	99,812
0,315	0,039	0,039	99,851
0,25	0,008	0,008	99,859
0,2	0,102	0,102	99,961
< 0,2	0,021	0,021	99,982

Granulométrie du sable utilisé.

Diamètre (µm)	Pourcentage (%)	Pourcentage cumulé	Diamètre (µm)	Pourcentage (%)	Pourcentage cumulé
0,115	0,333	0,333	8,816	1,181	73,671
0,131	0,683	1,015	10,097	1,563	75,234
0,15	1,414	2,43	11,565	1,973	77,207
0,172	5,079	7,509	13,246	2,364	79,571
0,197	13,103	20,612	15,172	2,68	82,251
0,226	15,435	36,047	17,377	2,86	85,112
0,259	11,271	47,318	19,904	2,869	87,981
0,296	8,902	56,22	22,797	2,759	90,74
0,339	6,246	62,465	26,111	2,544	93,284
0,389	3,782	66,247	29,907	2,102	95,387
0,445	1,974	68,221	34,255	1,606	96,993
0,51	0,98	69,2	39,234	1,205	98,198
0,584	0,477	69,678	44,938	0,812	99,01
0,669	0,255	69,932	51,471	0,502	99,512
0,766	0,148	70,08	58,953	0,313	99,825
0,877	0	70,08	67,523	0,175	100
1,005	0	70,08	77,339	0	100
1,151	0	70,08	88,583	0	100
1,318	0	70,08	101,46	0	100
1,51	0	70,08	116,21	0	100
1,729	0	70,08	133,103	0	100
1,981	0	70,08	152,453	0	100
2,269	0	70,08	174,616	0	100
2,599	0	70,08	200	0	100
2,976	0	70,08	229,075	0	100
3,409	0	70,08	262,376	0	100
3,905	0,117	70,197	300,518	0	100
4,472	0,174	70,371	344,206	0	100
5,122	0,263	70,634	394,244	0	100
5,867	0,401	71,035	451,556	0	100
6,72	0,597	71,632	517,2	0	100
7,697	0,858	72,49	592,387	0	100

Granulométrie de la chaux utilisée.



Colonnes	T	C1	C2	C3	C4	C5
Pourcentage de chaux (%)	0	5	10	15	20	25
1ère semaine	3,57	43,57	50,00	41,43	40,00	49,29
2ème semaine	23,08	53,85	88,46	84,62	88,46	84,62
3ème semaine	8,33	33,33	93,33	90,00	95,00	91,67

Abatement de nitrite en fonction de pourcentage de chaux.

Colonnes	MB	T	C1	C2	C3	C4	C5
Pourcentage de chaux (%)	0	0	5	10	15	20	25
1ère semaine	0	35,53	95,09	96,40	97,33	97,45	97,83
2ème semaine	0	21,86	95,71	96,21	96,46	97,14	98,32
3ème semaine	0	13,48	96,27	97,70	98,07	98,82	99,01

Abatement de la couleur en fonction de pourcentage de chaux

Colonnes	T	C1	C2	C3	C4	C5
Pourcentage de chaux (%)	0	5	10	15	20	25
1ère semaine	34,70	52,41	93,35	96,19	96,43	96,87
2ème semaine	27,11	83,23	96,27	96,89	91,30	98,14
3ème semaine	21,45	85,78	92,71	93,25	93,86	94,22

Abatement d'orthophosphates en fonction de pourcentage de chaux

Colonnes	MB	T	C1	C2	C3	C4	C5
Pourcentage de chaux (%)	0	0	5	10	15	20	25
1ère semaine	0	63,28	90,43	97,70	97,95	98,48	98,75
2ème semaine	0	62,29	81,31	94,82	95,02	95,48	96,52

Abatement de DCO en fonction de pourcentage de chaux

Colonnes	MB	T	C1	C2	C3	C4	C5
Pourcentage de chaux (%)	0	0	5	10	15	20	25
1ère semaine	0,00	47,20	58,07	64,29	72,05	75,16	79,63
2ème semaine	0,00	53,42	54,97	62,73	73,60	77,64	87,58
3ème semaine	0,00	61,18	75,47	82,92	86,02	86,02	92,30

Abatement d'ammonium fonction de pourcentage de chaux