

Article

« Traitement des margines d'une huilerie moderne par infiltration-percolation sur un filtre à sable »

Mounia Achak, Naïla Ouazzani et Laila Mandi

Revue des sciences de l'eau / Journal of Water Science, vol. 22, n° 3, 2009, p. 421-433.

Pour citer cet article, utiliser l'information suivante :

URI: <http://id.erudit.org/iderudit/037780ar>

DOI: 10.7202/037780ar

Note : les règles d'écriture des références bibliographiques peuvent varier selon les différents domaines du savoir.

Ce document est protégé par la loi sur le droit d'auteur. L'utilisation des services d'Érudit (y compris la reproduction) est assujettie à sa politique d'utilisation que vous pouvez consulter à l'URI <https://apropos.erudit.org/fr/usagers/politique-dutilisation/>

Érudit est un consortium interuniversitaire sans but lucratif composé de l'Université de Montréal, l'Université Laval et l'Université du Québec à Montréal. Il a pour mission la promotion et la valorisation de la recherche. Érudit offre des services d'édition numérique de documents scientifiques depuis 1998.

Pour communiquer avec les responsables d'Érudit : info@erudit.org

TRAITEMENT DES MARGINES D'UNE HUILERIE MODERNE PAR INFILTRATION-PERCOLATION SUR UN FILTRE À SABLE

Treatment of modern olive mill effluent by infiltration-percolation on a sand filter

MOUNIA ACHAK¹, NAÏLA OUAZZANI^{1*} ET LAILA MANDI¹

¹Laboratoire d'Hydrobiologie, d'Écotoxicologie et d'Assainissement, Département de Biologie,
Faculté des Sciences Semlalia, BP 2390, Marrakech, Maroc.

²Université Cadi Ayyad, Faculté des Sciences Semlalia, Département de Biologie,
boul. du Prince Moulay-Abdelah, BP 2390, Marrakech, Maroc.

RÉSUMÉ

Les différentes techniques d'extraction d'huile d'olive aboutissent à la formation des margines en quantités variables, allant de 400 à 500 L•t⁻¹ d'olives pour les unités traditionnelles et une tonne de margines•t⁻¹ d'olives pour les unités modernes.

L'objectif de notre travail est de montrer la faisabilité du traitement des margines par la technique d'infiltration-percolation sur filtre à sable et d'étudier l'effet de la dilution des margines par des eaux usées urbaines à 50 % sur la stimulation de la biodégradation dans le filtre et sur les performances épuratoires de cette technique. Les effluents testés ont un pH très acide (4,93) et sont très chargés en matières organiques, en demande chimique en oxygène (DCO) (28 g d'O₂•L⁻¹) et en polyphénols (1,42 g•L⁻¹). Après dilution à 50 % par les eaux usées urbaines, le pH augmente à 5,01, la DCO et les polyphénols diminuent respectivement à 25,58 g d'O₂•L⁻¹ et 1,39 g•L⁻¹. Le traitement des margines brutes par le filtre à sable a permis une élimination de 36 % de la DCO brute, 33 % de la DCO dissoute, 53 % des polyphénols, 67 % de l'azote Kjeldahl (NTK) et 75 % de l'azote ammoniacal. Les essais de percolation des margines mélangées à 50 % avec les

eaux usées urbaines dans une colonne de sable montrent une amélioration de l'efficacité quant à l'élimination de la DCO brute (76 %), de la DCO dissoute (92 %), des polyphénols (90 %), de NTK (50 %) et de l'ammonium (87 %).

Mots clés : margines, eaux usées urbaines, infiltration sur sable, polyphénols, matière organique, azote.

ABSTRACT

Industrial olive oil production is of fundamental economic importance for many countries from the Mediterranean Sea. However, during olive oil production, large amounts of polluted waters, known as olive mill wastewaters (OMW), are generated. Discharge of this effluent into receiving waters without treatment leads to serious environmental problems in these countries. Many studies have been undertaken to find efficient treatment systems and several techniques have been tested, but there have been few studies investigating sand filters for this type of effluent. The purpose of this work was to

*Auteur pour correspondance :

Téléphone: (212) 24 43 46 49

Télécopie: (212) 24 42 74 12

Courriel: ouazzani@ucam.ac.ma

test the suitability of sand filters to treat olive mill wastewater, specifically by a 50% dilution of OMW with domestic wastewater. Results show that the initial OMW had an acidic pH (4.93) due to the presence of substances such as phenolic acids and fatty acids. The electrical conductivity was very low ($9.6 \text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$) compared to that reported from urban effluents in Marrakech (Morocco). This OMW contained high amounts of phenolic substances ($1.42 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$), total Chemical Oxygen Demand ($28 \text{ g COD}\cdot\text{L}^{-1}$) and dissolved Chemical Oxygen Demand ($18 \text{ g COD}\cdot\text{L}^{-1}$). During the first week, the treatment of the raw OMW with a sand filter allowed an increase of pH (from 4.93 to 7) and electrical conductivity (from 10.2 to $15.4 \text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$), and a reduction of the following parameters: total COD (36%), dissolved COD (33%), phenol contents (53%), total Kjeldahl nitrogen NTK (67%) and ammonium (75%). In a sand column, percolation of diluted OMW with domestic wastewater allowed an increase of pH (8.03) and significantly improved the removal efficiency of total COD (76%), dissolved COD (92%), phenols (90%), NTK (50%) and ammonium (87%).

Key words: olive mill wastewater, treatment, sand filter, domestic wastewater, phenols, organic matter, nitrogen.

1. INTRODUCTION

Les margines sont obtenues lors de l'extraction de l'huile d'olive à partir de l'eau contenue dans le fruit, ajoutée au cours du broyage et des étapes de trituration. La qualité et la quantité des margines dépendent de l'opération d'extraction d'huile d'olive. Elles sont aussi influencées par la variété d'olives, la saison de cueillette, le taux de maturation des fruits et les conditions climatiques (FIORENTINO *et al.*, 2003).

On estime généralement qu'un kilogramme d'olives fournit de 1 à 1,5 litre de margines (LÉGER, 1999), en fonction du système d'extraction utilisé. Le volume de ces effluents est en constante progression. La production d'huile d'olive dans le monde atteint 250 000 tonnes par an (FAO, 2003), ce qui est équivalent à 3 750 000 litres d'eau de végétation. Dans le bassin méditerranéen (Espagne, Italie, Grèce, Turquie, Syrie, Tunisie, Maroc), les quantités de margines produites dépassent 30 millions de m^3 par an (ZOUARI et ELLOUZ, 1996).

Au Maroc, les estimations des productions d'olives et d'huile d'olive pour l'année 2003-2004, jugées comme exceptionnelles, sont respectivement de 1 000 000 de tonnes et 100 000 tonnes pour une superficie de 580 000 ha avec une quantité de margines produites de l'ordre de 580 000 m^3 (SECE, 2003-2004).

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). Plusieurs études ont montré que l'application directe des margines non traitées sur le sol modifie ses propriétés et contamine la nappe phréatique (MORENO *et al.*, 1987; YESILADA *et al.*, 1999).

Le traitement des margines a été testé en utilisant plusieurs techniques [évaporation forcée (FIESTAS ROS URSINOS *et al.*, 1983), coagulation-floculation (ACHAK *et al.*, 2008; JAOUANI *et al.*, 2005), électro-coagulation (INAN *et al.*, 2004; KHOUFI *et al.*, 2008), traitement aérobie (BALICE *et al.*, 1988), traitement anaérobie (AZBAR *et al.*, 2008; HAMDI, 1992) et oxydation avancée (CANIZARES *et al.*, 2007; EL HAJJOUJI *et al.*, 2008; GERNJAK *et al.*, 2004; KHOUFI *et al.*, 2006)]. Des travaux récents ont envisagé l'épandage des margines sur le sol comme moyen de traitement (MEKKI *et al.*, 2007; SAADI, 2007; SIERRA *et al.*, 2001; ZENJARI et NEJMEDDINE, 2001). Peu de travaux ont été consacrés au traitement par infiltration-percolation, qui est souvent appliqué à des eaux usées urbaines.

L'infiltration-percolation est un traitement biologique par cultures bactériennes fixées sur support fin. Les eaux usées ayant préalablement subi une décantation primaire sont déversées et réparties sur un massif de sable, à l'air libre. En percolant à travers ce massif, les matières en suspension apportées par l'effluent à traiter sont retenues primordialement par filtration mécanique sur la plage d'infiltration. Cette rétention piège une partie des matières organiques et une importante fraction des micro-organismes liés aux particules en suspension (BRISAUD, 1987).

La décomposition des matières organiques de l'effluent percolé à travers le milieu poreux se fait par des micro-organismes édaphiques ou allochtones (OUAZZANI, 1998). La matière organique permet le développement sur les granulats du sol de colonies bactériennes hétérotrophes qui constituent le biofilm. Une partie de la matière organique sert aux besoins énergétiques des bactéries.

L'oxygénation du massif filtrant est assurée par des échanges gazeux entre l'atmosphère et les interstices du sable, lorsque la plage d'infiltration est dénoyée entre deux apports d'eaux usées et pendant les périodes de repos. Au cours de la période de repos, les bactéries consomment aussi leurs réserves et leur nombre décroît pour éviter un engorgement du massif. Pour répartir correctement les eaux usées sur toute la surface de chacun des lits, une alimentation par bâchées est indispensable.

Elle stimule également la réoxygénation par effet d'aspiration de l'air avec l'eau qui s'infiltré.

L'élimination de l'azote dans ce type de système dépend de sa forme (nitrate, ammonium et azote organique). L'azote organique résiduaire associé aux MES est éliminé, soit par fixation dans les premiers centimètres du sol (sédimentation et filtration), soit par assimilation des micro-organismes ou encore par minéralisation. L'azote organique subit une minéralisation aérobie grâce à l'activité de la microflore du sol: bactéries, actinomycètes, champignons (OUAZZANI, 1998).

L'azote ammoniacal (NH_4) est éliminé, soit par volatilisation sous forme de NH_3 (voie mineure et représentant moins de 10 % à cause du faible pH), soit par l'oxydation biologique qui conduit à la formation des nitrites immédiatement transformés en nitrates, grâce à la présence des bactéries nitrifiantes. Les nitrates sont une forme plus mobile que l'azote ammoniacal et sont facilement lessivés vers l'aquifère. Dans certains cas, pour protéger la nappe souterraine, il serait bien de pouvoir les éliminer par dénitrification.

La dénitrification est le processus d'élimination de l'azote par réduction des nitrates avec libération de l'azote dans la phase gazeuse du milieu. Elle reste le seul moyen d'atteindre une forte réduction du taux d'azote dans le sol (GILBERT *et al.*, 1979; LONGE, 1989; PELL, 1991).

Les essais de traitement des margines par épandage sur le sol ont été réalisés par plusieurs auteurs. L'étude de SIERRA *et al.* (2001) a porté sur la caractérisation d'un sol utilisé pour l'épandage des margines pendant 10 ans. Les carbonates du sol permettent la neutralisation du pH de ces effluents au cours de leur passage à travers le sol et une diminution de la conductivité électrique et des composés phénoliques est observée à une profondeur entre 110 et 125 cm.

L'étude effectuée par ZENJARI et NEJMEDDINE (2001) sur l'impact de l'épandage d'effluents d'huileries (margines) sur un échantillon de sol en laboratoire a montré que la majorité des micropolluants organiques et inorganiques des margines ont été éliminés après la première infiltration.

L'effet de l'épandage d'effluents d'huileries (margines) sur l'activité microbienne et sur le potentiel phytotoxique d'un échantillon du sol a été étudié par SAADI *et al.* (2007). La comparaison entre un sol témoin et un sol irrigué par des margines, après trois mois de repos, n'a mis en évidence aucune phytotoxicité. De plus, selon les mêmes auteurs, le sol irrigué peut récupérer son activité biologique, partiellement ou entièrement, entre deux irrigations successives.

L'objectif de cette étude est de montrer la faisabilité du traitement des margines par la technique d'infiltration-

percolation sur filtre à sable et d'en comparer les performances épuratoires pour le traitement des margines brutes et des margines diluées à 50 % avec des eaux usées urbaines, dans des colonnes de sable avec des bâchées quotidiennes d'alimentation de $2 \text{ cm} \cdot \text{j}^{-1}$ ($1,5 \text{ L} \cdot \text{j}^{-1}$).

2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

2.1 Rejet industriel étudié

Les margines utilisées ont été prélevées dans une unité moderne de la région de Marrakech. La caractérisation physico-chimique de ces eaux a été réalisée sur des margines brutes et des margines diluées à 50 % avec des eaux usées urbaines.

2.2 Dispositif expérimental

Le pilote expérimental est constitué de deux colonnes (C1 et C2) en PVC opaque de 10 cm de diamètre et 100 cm de hauteur et de $78,5 \text{ cm}^2$ de section. Les colonnes sont remplies sur une épaisseur de 10 cm de gravier en haut et en bas et de 60 cm de sable.

L'alimentation de la colonne 1 (C1) se fait par des margines brutes et la colonne 2 (C2) par des margines diluées à 50 % avec des eaux usées urbaines. L'alimentation des deux colonnes se fait par deux bâchées quotidiennes de 1 cm, espacées de 12 heures, soit $2 \text{ cm} \cdot \text{j}^{-1}$ ($1,5 \text{ L} \cdot \text{j}^{-1}$). 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. Le sable mis dans les colonnes est lavé plusieurs fois avec l'eau claire avant de l'alimenter par les eaux usées.

2.3 Paramètres analysés et méthodes de dosage utilisées

2.3.1 Cas des margines

Les mesures du pH et de la conductivité électrique (CE) sont effectuées respectivement par un pH-mètre type 716 DMS Titrino et un conductimètre de type TWT. Les matières en suspension (MES) sont déterminées par filtration sur filtre GF/C, selon la méthode T90-105 de AFNOR (1983). La demande chimique en oxygène (DCO) est estimée par oxydation, par un excès de bichromate de potassium à chaud et en milieu acide selon la méthode standard (APHA 1992). La demande biologique en oxygène (DBO_5) est déterminée selon la méthode respirométrique T90-103 de AFNOR (1983). Les échantillons des margines ont été préalablement

dilués, ensemencés par des eaux usées urbaines et leur pH a été ajusté à pH neutre. L'azote Kjeldahl (NTK) est dosé par la méthode T90-110 de AFNOR (1983). L'azote ammoniacal est dosé par la méthode colorimétrique au bleu d'indophénol, selon la norme T90-015 de AFNOR (1983). Les nitrites (NO_2^-) sont dosés selon la méthode T90-013 de AFNOR (1983). Le dosage des nitrates se ramène à celui des nitrites après leur réduction par passage dans une colonne de cadmium-cuivre (RODIER, 1984). Les polyphénols totaux ont été dosés selon la méthode élaborée par MACHEIX *et al.* (1990). Les fractions phénoliques des margines ont été identifiées par chromatographie liquide à haute pression (HPLC). Ces analyses ont été effectuées en utilisant un détecteur UV (280 nm) et une colonne C-18 (4,6 x 250 mm). Vingt μL d'extrait ont été injectés et élués par gradient de solvant (Phases mobiles: $\text{H}_2\text{O} + \text{H}_3\text{PO}_4$ (0,1 %), Acétonitrile/Eau (7/3) durant 60 min avec un débit de $0,8 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$.

2.3.2 Cas du sable

Le pH est mesuré par un pH-mètre type 716 DMS Titrino selon la méthode décrite par AUBERT (1978). La conductivité électrique (CE) est mesurée à l'aide d'un conductivimètre de type TWT (AUBERT, 1978). La matière sèche est déterminée selon la méthode de SIERRA *et al.* (2001), la matière minérale est déterminée selon la méthode de OHLINGER (1995), la matière organique est déterminée par la différence de masse entre la matière sèche et la matière minérale. Le carbone organique est déterminé par la méthode de ANNE (1945) décrite par AUBERT (1978). Le dosage des polyphénols totaux est déterminé sur une fraction de 1/25 (p/v) sol/méthanol-eau par agitation pendant 12 h. L'extrait brut est évaporé puis récupéré dans l'eau distillée. Sur cet extrait aqueux ont été dosés les polyphénols totaux selon la méthode citée pour la détermination des polyphénols des margines. L'azote Kjeldahl (NTK) est déterminé selon la méthode de Kjeldahl décrite par AUBERT (1978). L'azote ammoniacal (NH_4^+) est déterminé par la méthode T90-16 de AFNOR (1983) sans minéralisation et l'azote nitrique est dosé après la distillation de l'azote ammoniacal par l'ajout d'alliage de Dewarda (AUBERT, 1978). Le phosphore total est déterminé selon le protocole de dosage proposé par BONZONGO (1990). Le dosage des sels (chlorures, Na^+ , K^+ et Ca^{2+}) s'effectue sur l'extrait aqueux de la pâte saturée. Les méthodes de dosage décrites par AUBERT (1978) : Na^+ , K^+ et Ca^{2+} , s'effectuent par spectrométrie de flamme et les chlorures par volumétrie.

Le taux d'élimination de chaque paramètre est donné par l'équation (1) :

$$\% \text{ Enlèvement} = \frac{\text{Conc.} * \text{entrée} (\text{g}\cdot\text{L}^{-1}) - \text{Conc.} * \text{sortie} (\text{g}\cdot\text{L}^{-1})}{\text{Concentration à l'entrée} (\text{g}\cdot\text{L}^{-1})} \times 100 \quad (1)$$

*Concentration en $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1 Choix de dilution des margines brutes

La dilution des margines par des eaux usées urbaines a été réalisée dans le but d'améliorer l'activité biologique dans le filtre. Le choix du pourcentage de dilution (50 %) des margines brutes par des eaux urbaines est basé sur une étude préalable du pH et de la quantité d'oxygène consommée au 5^e jour dans les différents mélanges ajustés à pH neutre, à 20 °C et à l'obscurité à l'aide d'un DBO-mètre.

La mesure de la quantité d'oxygène consommée au 5^e jour dans les différents mélanges (Tableau 1) montre qu'à partir d'une dilution de 50 %, on peut avoir une importante biodégradabilité des margines. On peut supposer une bonne dégradation biologique de ce mélange dans le filtre à sable, tout en assurant le traitement d'une quantité appréciable de margines.

Les résultats du tableau 1 montrent aussi que plus le pourcentage de dilution des margines par les eaux urbaines augmente, plus le pH augmente d'un pH acide (4,67) à un pH neutre (7,6).

Les dilutions de 0 à 40 % par des eaux usées urbaines permettent de traiter une quantité importante de margines, mais le pH acide du mélange n'est pas convenable pour le développement bactérien au sein du filtre à sable.

Les dilutions de 75 à 100 % par des eaux usées urbaines favorisent un pH convenable pour le développement bactérien lors du traitement par infiltration-percolation, mais ne permet pas de traiter une quantité importante de margines.

Tableau 1. Variation du pH et de la quantité d'oxygène consommée dans les différents mélanges.

Table 1. Variation of pH and quantity of oxygen consumed for the different mixtures.

% dilution par les eaux usées urbaines	Oxygène consommé au 5 ^e jour à pH neutralisé ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	pH du mélange (margines + eaux usées urbaines)
0 %	660	4,67
10 %	650	4,76
20 %	630	4,88
30 %	610	4,72
40%	570	4,70
50 %	560	5,00
75 %	540	5,10
90 %	520	5,73
100 %	190	7,60

La dilution à 50 % favorise un pH convenable pour le développement bactérien et permet de traiter une quantité appréciable de margines. Cette valeur a été retenue pour la dilution des margines brutes.

3.2 Caractérisation physico-chimique des margines utilisées

L'analyse physico-chimique des margines étudiées (Tableau 2) montre que ces effluents ont un pH acide (4,93) une charge en polyphénols de l'ordre de $1,42 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ et une charge en matière organique de l'ordre de $28 \text{ g d'O}_2\cdot\text{L}^{-1}$ en DCO brutes et $18 \text{ g d'O}_2\cdot\text{L}^{-1}$ en DCO dissoutes.

La concentration des margines brutes en espèces azotées est relativement élevée: elles contiennent $1,68 \text{ g N}\cdot\text{L}^{-1}$ en NTK; $38,09 \text{ g N}\cdot\text{L}^{-1}$ en NH_4^+ ; $1,41 \text{ mg N}\cdot\text{L}^{-1}$ en NO_2^- et $1,85 \text{ mg N}\cdot\text{L}^{-1}$ en NO_3^- .

Après dilution à 50 % par les eaux usées urbaines, la comparaison entre les caractéristiques des margines brutes et celles diluées à 50 % montre une faible augmentation du pH et une faible diminution des concentrations de presque tous les paramètres physico-chimiques.

L'analyse des chromatogrammes HPLC (Figure 1) montre que les monomères majeurs présents dans l'extrait à l'acétate d'éthyle des margines brutes sont l'hydroxytyrosol ($0,27 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$) et le tyrosol ($0,06 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$). Ceci confirme les résultats de ALLOUCHE *et al.* (2004), qui ont montré qu'un extrait à l'acétate d'éthyle des margines brutes est composé essentiellement de ces deux substances. Ces composés

phénoliques confèrent aux margines un pouvoir antimicrobien (RANALLI, 1991) rendant difficile leur traitement par voie biologique. De plus, ces composés sont très toxiques pour la faune aquatique et terrestre, ce qui va dans le sens des nuisances que peut causer le rejet direct de ces effluents dans le milieu récepteur. La faible diminution des phénols est confirmée par des analyses par HPLC des extraits phénoliques des margines diluées à 50 %. Le tyrosol passe de $0,06$ à $0,04 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ tandis que l'hydroxytyrosol ne connaît aucune variation.

3.3 Caractéristiques du sable utilisé

Le sable utilisé est de texture sableuse: (limons + argile: 0,08 %); sable (0,34 % sable très grossier; 0,15 % sable grossier; 82 % sable moyen; 16,8 % sable fin; 1 % sable très fin) d'après la classification texturale de HENIN (1969). Les principales caractéristiques physico-chimiques du sable utilisé sont indiquées dans le tableau 3: sable grossier: (1-0,50 mm); sable fin: (0,20-0,10 mm); sable moyen: (0,50-0,20 mm); sable très fin: (0,10-0,05 mm); limons + argiles: (<0,05 mm)

3.4 Fonctionnement du filtre à sable

3.4.1 Aspect hydraulique et durée de vie du filtre

Le tableau 4 montre l'évolution du débit à la sortie des deux colonnes en fonction du temps, il passe de 10 à $1,63 \text{ mL/h}$ dans le cas des margines brutes et de 6 à $1,25 \text{ mL/h}$ dans le cas des margines diluées.

Tableau 2. Composition physico-chimique moyenne des margines brutes et des margines diluées à 50 % par les eaux usées urbaines (moyenne (3) \pm écart-type).

Table 2. Physical-chemical composition of the raw olive mill effluent and olive mill effluent diluted at 50 % by domestic wastewater (mean (3) \pm standard deviation).

Paramètres	Unités	Margines brutes	Margines diluées à 50 %
pH	-	4,93	5,01
Conductivité	mS \cdot cm ⁻¹ à 20 °C	9,6	5,89
MES	g \cdot L ⁻¹	$1,23 \pm 0,012$	$0,79 \pm 0,01$
Polyphénols	g \cdot L ⁻¹	$1,42 \pm 0,10$	$1,39 \pm 0,15$
DCO brute	g O ₂ \cdot L ⁻¹	$27,88 \pm 1,48$	$25,58 \pm 0,52$
DCO dissoute	g O ₂ \cdot L ⁻¹	$17,98 \pm 0,13$	$18,89 \pm 1,56$
NTK	g \cdot L ⁻¹	$1,68 \pm 0,05$	$0,68 \pm 0,05$
NH ₄ ⁺	mg \cdot L ⁻¹	$38,09 \pm 6,24$	$94,97 \pm 9,3$
NO ₂ ⁻	mg \cdot L ⁻¹	$1,41 \pm 0,74$	$0,39 \pm 0,01$
NO ₃ ⁻	mg \cdot L ⁻¹	$1,85 \pm 0,01$	$1,24 \pm 0,05$

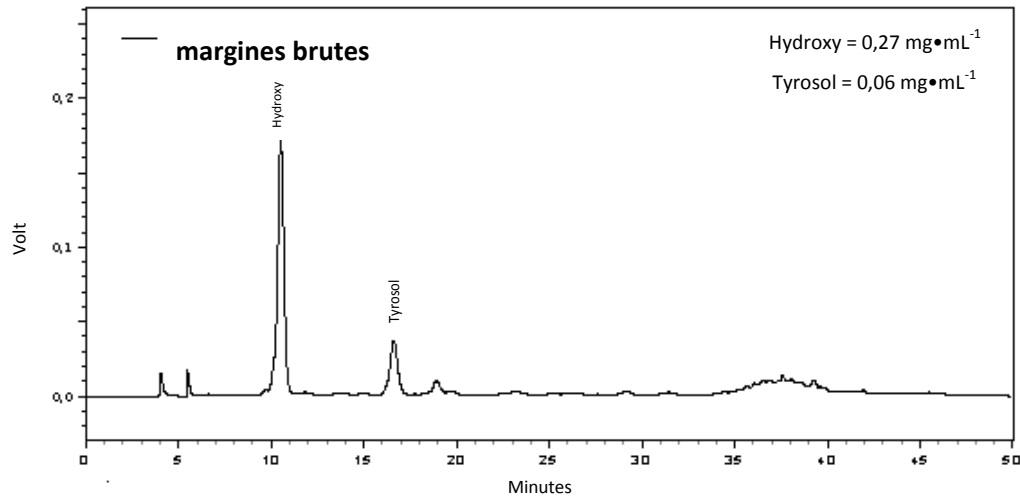


Figure 1. Chromatogramme HPLC de l'extrait phénolique des margines brutes.
HPLC chromatogram of the phenols extracted from raw olive mill effluent.

Tableau 3. Caractérisation physico-chimique du sable utilisé.
Table 3. Physical-chemical characterization of the sand used.

Paramètres	Teneur
pH	8,74
Conductivité (mS•cm ^l)	1,38
Matière sèche (g•g ^l)	1
Matière minérale (g•g ^l)	0,020 ± 0,001
Matière organique (g•g ^l)	0,950 ± 0,001
Carbone organique (mg•g ^l)	0,36 ± 0,18
Azote ammoniacal (mg•g ^l)	21,0 ± 3,5
Azote nitrique (mg•g ^l)	35,0 ± 3,5
Chlorure (mg•g ^l)	0,710 ± 0,001
Phosphore total (mg•g ^l)	9,12 ± 1,14
Polyphénols (mg•g ^l)	0,09 ± 0,02
Potassium (mg•g ^l)	1,0 ± 0,0
Calcium (mg•g ^l)	27,0 ± 0,0
Sodium (mg•g ^l)	3,1 ± 0,0

Tableau 4. Évolution du débit des deux colonnes 1 et 2 en fonction du temps.
Table 4. Change in flow rate in the two columns 1 and 2 as a function of time.

Débit (mL•h ^l)	Margines brutes (C1)	Margines diluées à 50 % (C2)
2 ^e semaine	10	6
3 ^e semaine	7,59	4,21
6 ^e semaine	1,63	1,25

D'après le tableau 4, on remarque que le débit diminue au cours de la percolation, en relation avec le développement important du biofilm, et ce, pour les deux colonnes. Au bout de six semaines, les débits deviennent faibles, indiquant le début du colmatage du filtre. La durée maximale de fonctionnement du filtre est donc de l'ordre de six semaines pour le cycle inondation-séchage étudié. Apparemment, il n'y a pas de différence entre les deux colonnes du point de vue de leur fonctionnement hydraulique.

3.4.2 Évolution du pH et de la conductivité électrique

Le tableau 5 montre l'évolution du pH et de la conductivité électrique des margines traitées par les deux colonnes en fonction du temps.

Le pH à la sortie des deux colonnes augmente de trois unités, le pH des margines brutes devient neutre (pH = 7) et le pH des margines diluées atteint 8 après filtration. 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. La même constatation a été faite par MEKKI *et al.* (2007), qui ont obtenu une augmentation du pH de trois unités après épandage des margines sur un sol. Cette augmentation est due à la composition du sol riche en calcaire et la forte capacité du sol à neutraliser le pH acide des margines.

En étudiant l'impact des margines sur un sol, ZENJARI et NEJMEDDINE (2001) ont attribué l'augmentation du pH à la fixation des acides organiques, responsables du pH acide des margines sur les particules argileuses du sol.

Tableau 5. Évolution du pH et de la conductivité électrique (CE) des deux colonnes 1 et 2 en fonction du temps.
Table 5. Changes in pH and electrical conductivity (EC) in the two columns 1 and 2 as a function of time.

Paramètres	Margines brutes (C1)					Margines diluées à 50 % (C2)				
	0 ^e sem.	2 ^e sem.	3 ^e sem.	4 ^e sem.	6 ^e sem.	0 ^e sem.	2 ^e sem.	3 ^e sem.	4 ^e sem.	6 ^e sem.
pH	4,93	6,78	6,92	7,60	7,00	5,01	7,00	7,34	8,00	8,03
Conductivité (mS•cm ⁻¹)	10,2	9,7	11,6	13,8	15,4	5,9	5,7	5,6	7,8	6,7

La conductivité électrique des margines, représentant leur degré d'ionisation, connaît une augmentation très importante après leur infiltration à travers le sable étudié. Le tableau 5 montre une différence de conductivité à l'origine pour les deux colonnes. Cette différence est due à la dilution des margines brutes par les eaux usées urbaines. Dans le cas des margines brutes, elle passe de 10,22 à 15,4 mS•cm⁻¹. Cette forte augmentation est liée au lessivage des minéraux du sable et à la minéralisation de la matière organique. Dans le cas des margines diluées, on constate qu'il n'y a aucune tendance dans le changement de la conductivité, cette dernière passant de 5,89 à 6,7 mS•cm⁻¹.

3.5 Efficacité épuratoire des filtres

3.5.1 Élimination des matières particulaires

Dans le cas des margines brutes, les rendements d'élimination des matières en suspension sont faibles pendant les premières semaines de fonctionnement (29 %) et deviennent négatifs au bout de six semaines (Tableau 6). Dans le cas des margines diluées à 50 % par des eaux usées urbaines, nous constatons une élimination assez faible des MES au cours des

quatre premières semaines du fonctionnement du filtre (17 %) mais qui s'améliore remarquablement au-delà de cette période (65 %). Cette amélioration des rendements semble être liée à un meilleur développement du biofilm pour les margines diluées, qui diminuerait la porosité du filtre et, par la suite, améliorerait les processus de filtration physiques.

L'analyse de variance par test ANOVA montre que la différence entre les deux colonnes est significative à ($p < 0,05$) pour l'élimination des MES.

Concernant la DCO, les taux d'abattement pour les margines brutes passent de 4 à 44 % durant les trois premières semaines. À partir de la quatrième semaine, ses rendements restent assez stables (Tableau 6). Pour les margines diluées, les rendements d'élimination de la DCO sont meilleurs dès les premières semaines du fonctionnement du filtre (Tableau 6). Au-delà de la quatrième semaine, ces rendements atteignent 75 % d'élimination.

L'élimination de la DCO totale fait intervenir des phénomènes physiques (sédimentation, filtration des formes particulaires) et des phénomènes de dégradation biologique

Tableau 6. Évolution de rendement d'élimination des matières en suspension (MES) et de la DCO brute et dissoute des deux colonnes 1 et 2 en fonction du temps.

Table 6. Changes in the percentage removal (%) of total suspended solids (TSS), total and dissolved COD in the two columns 1 and 2 as a function of time.

Paramètres	Margines brutes (C1)				Margines diluées à 50 % (C2)			
	2 ^e sem.	3 ^e sem.	4 ^e sem.	6 ^e sem.	2 ^e sem.	3 ^e sem.	4 ^e sem.	6 ^e sem.
MES (%)	29	23	- 95	- 1	10	12	17	65
DCO brute (%)	4	44	40	36	41	58	72	75
DCO dissoute (%)	-8	-14	17	33	40	49	79	92

des formes dissoutes. L'analyse de variance par test ANOVA montre que la différence entre les deux colonnes est significative à ($p < 0,05$) pour l'élimination de la DCO brute.

3.5.2 Élimination des matières organiques dissoutes

Le tableau 6, illustrant les rendements d'élimination de la DCO dissoute, montre que les phénomènes de dégradation biologique ne semblent pas avoir démarré avant la quatrième semaine pour les margines brutes, alors qu'ils ont lieu dès le démarrage dans le cas des margines diluées. Le test ANOVA montre une différence significative à ($p < 0,05$) pour l'élimination de la DCO dissoute entre les deux colonnes.

La demande totale en oxygène permet d'apprécier les besoins totaux en oxygène nécessaires pour assurer, d'une part, la dégradation complète des matières organiques, et, d'autre part, l'oxydation des composés azotés en nitrates. Elle est calculée en utilisant la formule suivante donnée par BRISSAUD *et al.* (1989): $DTO = DCO \text{ dissoute} + 4,57 \text{ NTK}$.

La figure 2 montre l'évolution de la DTO des margines brutes (2a) et des margines diluées (2b) à l'entrée et à la sortie du filtre.

On constate bien que cette demande en oxygène n'est pas du tout satisfaite dans le cas du filtre recevant les margines brutes (DTO à l'entrée presque identique à DTO à la sortie) sauf légèrement à la 6^e semaine, tandis que la différence entre la DTO à l'entrée et à la sortie de la colonne des margines diluées (DTO éliminée) est très élevée.

L'oxydation biologique des matières organiques et de l'azote démarre à peine à la 6^e semaine du fonctionnement pour les margines brutes alors qu'elle démarre activement dès la 3^e semaine de fonctionnement, dans le cas des margines diluées à 50 % par les eaux usées urbaines.

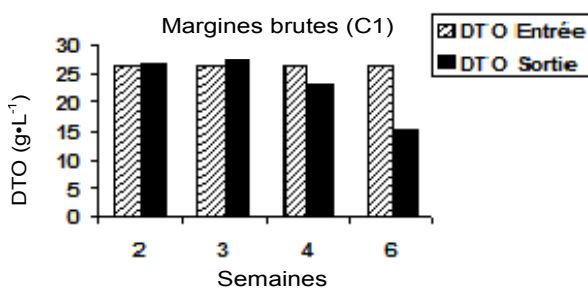


Figure 2a. Évolution de la demande totale en oxygène (DTO) en fonction du temps des margines brutes.
Changes in total oxygen demand (TOD) in the raw olive mill effluent with time.

3.5.3 Élimination des formes d'azote

Le tableau 7 illustre les rendements d'élimination de NTK et de NH_4^+ dans le cas des margines brutes et des margines diluées à 50 % par les eaux usées urbaines.

Le tableau 7 montre qu'apparemment l'élimination de l'azote total est faible et se fait d'une manière similaire dans les deux cas. Ceci est confirmé par le test ANOVA à ($p > 0,05$) qui montre que l'élimination de NTK est similaire dans les deux colonnes.

Le tableau 7 montre que l'élimination de l'ammonium varie de 60 à 74 % dans le cas des margines brutes et de 70 à 87 % dans le cas des margines diluées. Le test ANOVA montre une différence significative à ($p < 0,05$) entre les abattements de l'ammonium dans les deux colonnes.

Si on analyse les figures 3 et 4 montrant l'évolution des teneurs en NH_4^+ et NO_3^- à la sortie des deux filtres en fonction du temps, on s'aperçoit que la concentration en azote ammoniacal passe de 38 à 10 $\text{mg N}\cdot\text{L}^{-1}$ pour les margines brutes et de 95 à 2,55 $\text{mg N}\cdot\text{L}^{-1}$ pour les margines diluées.

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 si les conditions d'aération du filtre le permettent. D'ailleurs, les teneurs en nitrates à la sortie des deux filtres montrent une nitrification qui a lieu à partir de la 3^e semaine dans le cas des margines brutes (Figure 3) et dès le démarrage du filtre dans le cas des margines diluées (Figure 4).

3.5.4 Élimination des polyphénols

L'analyse des phénols dans le cas des margines brutes montre un abattement significatif au cours des six semaines,

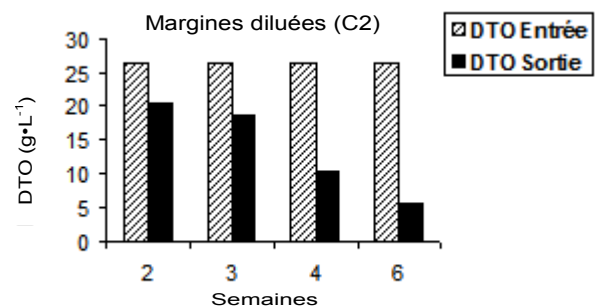


Figure 2b. Évolution de la demande totale en oxygène (DTO) en fonction du temps des margines diluées.
Changes in total oxygen demand (TOD) in the diluted olive mill effluent with time.

Tableau 7. Évolution du rendement d'élimination de l'azote Kjeldahl total (NTK), de NH_4^+ et des polyphénols des deux colonnes 1 et 2 en fonction du temps.

Table 7. Changes in the percentage removal (%) of total Kjeldahl nitrogen (NTK), NH_4^+ and phenols in the two columns 1 and 2 as a function of time.

Paramètres	Margines brutes (C1)				Margines diluées à 50 % (C2)			
	2 ^e sem.	3 ^e sem.	4 ^e sem.	6 ^e sem.	2 ^e sem.	3 ^e sem.	4 ^e sem.	6 ^e sem.
NTK (%)	17	17	25	67	17	17	25	50
NH_4^+ (%)	59	72	74	74,5	69	87	92	87
Polyphénols (%)	27	39	59	53	65	81	84	90

passant de 27 à 53 % à pH = 7 et témoignant ainsi l'efficacité du sable à retenir ces composés, tandis que dans le cas des margines diluées, on constate un abattement allant de 65 à 90 % à pH = 8,03 (Tableau 7). Le test ANOVA montre que la différence entre les deux colonnes est significative ($p < 0,05$).

L'abattement des phénols dans les deux colonnes peut être expliqué par la polymérisation et/ou la bioconversion des composés monomériques (tyrosol et hydroxytyrosol) au cours du traitement (DHOUBI *et al.*, 2006; SAYADI et ALLOUZ, 1995) et par le changement du pH des margines traitées. À pH neutre, l'activité microbienne n'est plus inhibée. DOMMERGUES (1971) a montré que la dégradation des composés phénoliques par les bactéries peut être accélérée par une élévation du pH et/ou une amélioration de l'aération. En effet l'augmentation du pH des margines après leur application sur le sol entraîne la transformation des phénols en phénates avec formation des ions $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}^-$ (MACHEIX *et al.*, 1990). Ces derniers sont bien retenus par les cations du sol, tels que les oxydes d'aluminium et de fer, les carbonates de calcium et les silicates.

La différence d'abattement des polyphénols entre les deux colonnes serait liée à la plus grande activité des micro-organismes aérobies du sol et des eaux usées urbaines qui sont responsables de la dégradation des composés phénoliques.

L'analyse par HPLC des extraits phénoliques à la sortie des deux colonnes (Figures 5 et 6) montre une élimination assez importante des composés monomériques dans le cas des margines brutes mais une élimination totale de ces composés dans le cas des margines diluées à 50 %. Les chromatogrammes ont révélé aussi la présence de traces de nouveaux composés qui ne correspondent pas aux composés initiaux et qui seraient des composés issus de leur dégradation.

Ce résultat est comparable à celui trouvé par BORJA *et al.* (1995) et ZENJARI (2002). MEKKI *et al.* (2007) ont extrait une nouvelle fraction phénolique résiduelle de l'horizon superficiel d'un sol ayant subi l'épandage des margines pendant une année, qui n'est originaire ni du sol ni des margines brutes. Selon les mêmes auteurs, cette fraction peut être synthétisée pendant le temps de l'incubation des margines dans le sol.

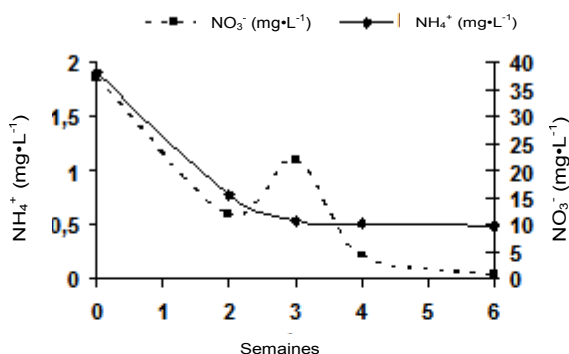


Figure 3. Évolution de la concentration des NO_3^- et NH_4^+ des margines brutes en fonction du temps à la sortie de la colonne 1.

Effect of time on NO_3^- and NH_4^+ concentrations in raw olive mill effluents in column 1.

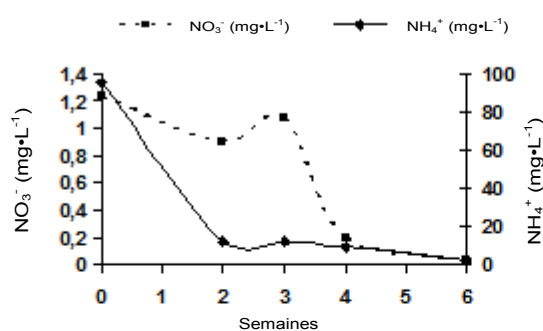


Figure 4. Évolution de la concentration des NO_3^- et NH_4^+ des margines diluées à 50 % en fonction du temps à la sortie de la colonne 2.

Effect of time on NO_3^- and NH_4^+ concentrations in diluted (50 %) olive mill in column 2.

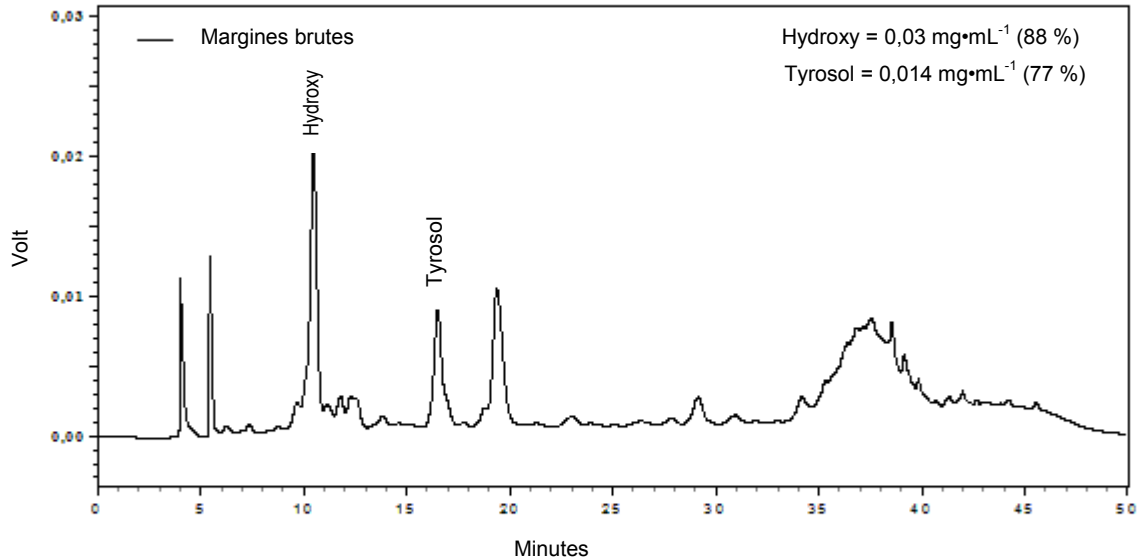


Figure 5. Chromatogramme HPLC de l'extrait phénolique à la sortie de la colonne 1.
HPLC chromatogram of the phenols in the effluent from column 1.

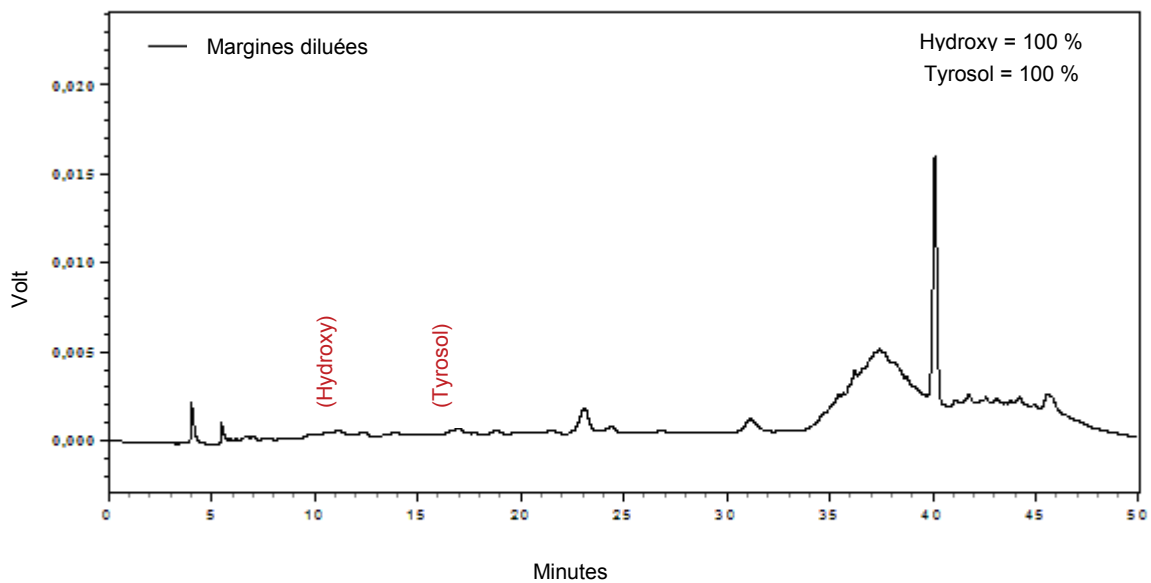


Figure 6. Chromatogramme HPLC de l'extrait phénolique à la sortie de la colonne 2.
HPLC chromatogram of the phenols in the effluent from column 2.

4. CONCLUSION

L'étude de la composition des margines issues d'un système d'extraction en continu montre qu'il s'agit d'un effluent très acide, salin et beaucoup chargé en matières organiques et en polyphénols totaux. Les analyses de chromatogramme HPLC

montrent que les monomères majeurs des margines étudiées sont l'hydroxytyrosol et le tyrosol. Ces composés phénoliques sont très toxiques pour la faune aquatique et terrestre et confèrent aux margines un pouvoir antimicrobien.

L'étude de l'aspect hydraulique du filtre montre que la durée maximale de fonctionnement du filtre est de l'ordre de six

semaines pour le cycle inondation-séchage étudié. L'étude montre aussi qu'il n'y a pas de différence concernant les paramètres hydrauliques (débit, durée de vie) entre les deux colonnes.

L'acidité des margines brutes et diluées a été neutralisée par les carbonates du sol, le pH des margines brutes devient neutre (pH = 7). Celui des margines diluées atteint 8. L'augmentation de la conductivité électrique des margines percolées au cours des six semaines des deux colonnes permet d'éviter la déchéance de la structure du sable et l'augmentation de sa salinité.

La dilution des margines par des eaux usées urbaines assure une élimination importante de la charge organique. Leur enrichissement par des micro-organismes permet d'avoir une forte minéralisation de la matière organique. À la sixième semaine, le taux d'abattement de la DCO brute (75 %), DCO dissoute (91 %) et des polyphénols (90 %), dans le cas des margines diluées, est beaucoup plus important par rapport aux margines brutes, DCO brute (36 %), DCO dissoute (33 %) et les polyphénols (53 %).

Les espèces azotées évoluent avec l'ensemencement des margines suite au développement de biofilm. A la sixième semaine, le taux d'abattement de l'azote Kjeldahl, ammonium et nitrites pour les margines diluées est de l'ordre de 50 %, 87 % et 92 % respectivement, tandis que pour les margines brutes, l'abattement atteint 66 %, 74 % et 85 % pour l'azote Kjeldahl, l'ammonium et les nitrites respectivement.

L'élimination de nitrates est de 97 et 98 % pour les margines diluées et les margines brutes. Les deux colonnes permettent une réduction de la totalité de nitrates produits lors de l'oxydation de l'azote dans le filtre.

REMERCIEMENTS

PROTARS II contract N° 21/34, 2005-2010.
MEDINDUS contract INCO-CT-2004, 509159.

5. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ACHAK A., N. OUAZZANI, 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*, 2^e édition, Paris, France, 621 p.

ALLOUCHE N., I. FKI et S. SAYADI (2004). Toward a high yield recovery of antioxidants and purified hydroxytyrosol from olive mill wastewaters. *J. Agric. Food Chem.*, 52, 267-273.

ANNE (1945). Dosage rapide du carbone organique des sols. *Ann., Agr. 2.*, 161-172.

APHA (1992). *American Public Health Association 1992. Standard methods for analysis of waste and wastewater*. 18^e édition, APHA, Washington, DC, USA.

AUBERT G. (1978). *Méthodes d'analyse des sols*. Éditions C.R.D.P., Marseille, France, 360 p.

AZBAR N., T. KESKINET et E.C. CATALKAYA (2008). Improvement in anaerobic degradation of olive mill effluent (OME) by chemical pretreatment using batch systems. *Biochem. Eng. J.*, 38, 379-383.

BALICE V., C. CARRIERI, O. CERA et B. RINDON (1988). The fate of tannin-like compounds from olive mill effluents in biological treatment. Dans : *Proceedings of the Fifth International Symposium: On Anaerobic Digestion*. HALL E.R. et P.N. HOBSON (Éditeurs). Bologne, Academic Press, Italie, pp. 275-280.

BONZONGO J.C.J. (1990). *Phosphore et sédiment: Méthode d'analyse, stockage, relargage et biodisponibilité*. Thèse de 3^e cycle, Université de Rennes I, UER Science de la vie et de l'Environ., 197 p.

BORJA R., C.J. BANKS et J. ALBA (1995). A simplified method for determination of kinetic parameters to describe the aerobic biodegradation of two important phenolic constituents of olive mill wastewater treatment by a heterogeneous microbial culture. *Environ. Sci. Health A*, 30, 607-626.

BRISAUD F. (1987). Les procédés du géo-assainissement. Dans : *Pollution et Environnement des Eaux Souterraines. Protection et Problèmes d'Assainissement*. AGSO-VERSEAU (Éditeur), Montpellier, France, 7-8-9 octobre, pp. 153-204.

BRISAUD F., F. LEFVRE, C. JOSEPH, Z. ALAMY et A. LANDRAU (1989). Wastewater infiltration percolation for aquifer recharge or water reuse. Dans : *Proceedings of Benidorm Symposium "Ground Water Management: Quantity and Quality"*, IAHS Publ., 188 p.

CAÑIZARES P., J. LOBATO, R. PAZ, M.A. RODRIGO et C. SÁEZ (2007). Advanced oxidation processes for the

- treatment of olive oil mills wastewater. *Chemosphere*, 67, 832-838.
- CAMURATI F., A. LANZANI, A. ARPINO, C. RUFFO et E. FEDELI (1984). Le acque di vegetazione della lavorazione delle olive: tecnologie de economie di recupero di sottoprodotti. *Riv. Ital. Sostanze Grasse*, 61, 283-292.
- DHOUBI A., F. ALOUI, N. HAMAD, S. SAYADI (2006). Pilot-plant treatment of olive mill waterwaters by *phanerochaete chrysosporium* coupled to anaerobic digestion and ultrafiltration. *Process. Biochem.*, 41, 159-167.
- DOMMERGUES Y. (1971). Interrelations sans caractère symbiotique entre la végétation et la microflore du sol : «l'effet litière». Dans : *La vie dans les sols : aspects nouveaux, études expérimentales*. GAUTHIER-VILLARS (Éditeurs), Paris, France, pp. 423-471.
- EL HAJJOUJI H., F. BARJE, E. PINELLI, J.-R. BAILLY, C. RICHARD, P. WINTERTON, J.-C. REVEL et M. HAFIDI (2008). Photochemical UV/TiO₂ treatment of olive mill wastewater (OMW). *Bioresour. Technol.*, 99, 7264-7269.
- FAO (2003). Graines, noix et amandes oléagineuses. *FAO Bull. Stat.*, 4, 75 p.
- FIESTAS ROS URSINOS J.A., G.R. NAVARRO, A.J. GARCIA et G.M. MAESTRO (1983). *Épuration des margines par digestion anaérobie en vue de leur utilisation comme source d'énergie. Valorisation des sous-produits de l'olivier*. Rapport. (Réunion du Groupe de Travail sur la Valorisation des Sous-Produits de l'Olivier, Madrid (Espagne), 17 novembre 1983, Rome, FAO. (Rapport FAO-AGP--RER/83/002), pp. 131-139.
- 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.
- FIORENTINO A., A. GENTILI, M. ISIDORI, P. MONACO, A. NARDELLI, A. PANELLA et T. FABIO (2003). Environmental effects caused by olive mill waste waters: Toxicity comparison of low-molecular-weight phenol compounds. *J. Agr. Food Chem.*, 51, 1005-1009.
- GERNJAK W., M.I. MALDONADO, S. MALATO, J. CÁCERES, T KRUTZLER, A. GLASER et R. BAUER (2004). Pilot-plant treatment of olive mill wastewater (OMW) by solar TiO₂ photocatalysis and solar photo-Fenton. *Solar Energ.*, 77, 567-572.
- GILBERT R.G., J.C. LANCE et J.B. MILLER (1979). Denitrifying bacteria populations and nitrogen removal in soil columns intermittently flooded with secondary sewage effluent. *J. Environ. Qual.*, 8, 101-104.
- HAMDI M. (1992). Toxicity and biodegradability of olive mill wastewater in batch anaerobic digestion. *Appl. Biotechnol.*, 2, 155-163.
- HENIN (1969). Les bases de la production végétale, Tome I : le sol. Dans : *SOLTNER D. (1990) Phytotechnie générale*. 18^e édition, Collection Sciences et Techniques agricoles, 466 p.
- INAN I., A. DIMOGLO, H. SIMSEK et M. KARPUZCU (2004). Olive mill wastewater treatment by means of electro-coagulation, *Sep. Purif. Technol.*, 36, 23-31.
- JAOUANIA., M. VANTHOURNHOUT et M.J. PENNINGCKX (2005). Olive oil mill wastewater purification by combination of coagulation-flocculation and biological treatments. *Environ. Technol.*, 26, 633-641.
- KHOUFI S., F. ALOUI et S. SAYADI (2006). Treatment of olive oil mill wastewater by combined process electro-Fenton reaction and anaerobic digestion. *Water Res.*, 40, 2007-2016.
- KHOUFI S., F. ALOUI et S. SAYADI (2008). Extraction of antioxidants from olive mill wastewater and electro-coagulation of exhausted fraction to reduce its toxicity on anaerobic digestion. *J. Hazard. Mater.*, 151, 531-539.
- LÉGER C.L. (1999). Co-produits de l'huilerie d'olive: les composés phénoliques et leurs propriétés biologiques. *Oléagineux Corps Gras Lipides (OCL)*, 6, 60-63.
- LONGE O. (1989). *Épuration des eaux usées par infiltration : Mécanismes de décontamination et protection des eaux souterraines*. Thèse de Doctorat. Université des Sciences et Techniques du Languedoc, France, 353 p.
- MACHEIX J.J., A. FLAURIET et J.A. BILLOT (1990). *Fruit phenolics*. CRC Press Inc, Boca Raton, FL, USA, 378 p.
- MEKKI A., A. DHOUIB et S. SAYADI (2007). Polyphénols dynamics and phytotoxicity in a soil amended by olive mill wastewaters, *J. Environ. Manage.*, 84, 134-140.
- MORENO E., J. PEREZ, A. RAMOS-CORMENZANA et 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.
- OHLINGER R. (1995). Soil respiration by titration. Dans : *Methods in Soil Biology*. SCHINNER F., R. OHLINGER,

- E. KANDELER et R. MARGESIN (Éditeurs), Springer, Berlin, Allemagne, pp. 95-98.
- ZOUARI N. et R. ELLOUZ (1996). Microbial consortia for the aerobic degradation of aromatic compounds in olive mill effluent. *J. Indust. Microbiol.*, 16, 152-162.
- 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.
- PELL M. et F. NYBERG (1989). Infiltration of wastewater in a newly started pilot sand-filter system : III. Transformation of nitrogen. *J. Environ. Qual.*, 18, 463-467.
- RANALLIA. (1991). 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.
- RODIER J. (1984). *L'analyse de l'eau: eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer, 7^e édition*, DUNOD, BORDAS (Éditeurs), Paris, France, 1365 p.
- SAADI I., Y. LAOR, M. RAVIV et S. MEDINA (2007). Land spreading of olive mill wastewater: Effect on soil microbial activity and potential phytotoxicity, *Chemosphere*, 66, 75-83.
- SAYADI S. et R. ELLOUZ (1995). Roles of lignin peroxidase and manganese peroxidase from *phanerochaete chrysosporium* in the decolorization of olive mill wastewaters. *Appl. Environ. Microbiol.*, 61, 1098-1103.
- SECE (2003-2004). *Secrétaire d'état chargé de l'environnement*. Rapport (2003-2004), 50 p.
- 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.
- YESILADA O., K. FISKIN et E. YESILADA (1995). The use of the white rot fungus *funalia trogii* (Malatya) for the decolorization and phenol removal from olive mill wastewater. *Environ. Technol.*, 16, 95-100.
- ZENJARI B. (2002). *Étude écotoxicologique des effluents liquides des huileries de la ville de Marrakech: impact sur les milieux récepteurs et détoxification*. Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences Semlalia, Université Cadi Ayyad, Marrakech, Maroc, 149 p.
- ZENJARI B. et A. NEJMEDDINE (2001). Impact of spreading olive mill wastewater on soil characteristics: Laboratory experiments, *Agronomie*, 21, 749-755.