



## (12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 30437 B1** (51) Cl. internationale : **C02F 1/00**
- (43) Date de publication : **01.06.2009**

- 
- (21) N° Dépôt : **30271**
- (22) Date de Dépôt : **03.10.2007**
- (71) Demandeur(s) : **SOVADEB, 68, AVENUE DE VAL OULD AMIR AGDAL RABAT (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **ENNAASSIA ETTAYBI ; QAFAS ZOUHAIR**
- (74) Mandataire : **QAFAS ZOUHAIR**

- 
- (54) Titre : **PROCEDE D'ELIMINATION DES POLYPHENOLS PAR TRAITEMENT PHYSICO-CHIMIQUE DANS LES EFFLUENTS DES UNITES DE PRODUCTION D'HUILE D'OLIVE**
- (57) Abrégé : **PROCEDE d'ÉLIMINATION des POLYPHENOLS par TRAITEMENT PHYSICO-CHIMIQUE dans LES EFFLUENTS des UNITES de PRODUCTION d'HUILE d'OLIVE**  
La présente invention concerne un procédé de traitement de dépollution des margines éliminant les substances organiques polluantes notamment les polyphénols. Ledit procédé est facile à mettre en œuvre, donne des résultats très importants en terme d'élimination de la pollution, peu coûteux, moins encombrant que les systèmes de traitement existants et peut s'inclure facilement dans les usines existantes. Ce procédé est caractérisé en ce que l'on soumet les margines, préalablement neutralisées et coagulées, à une filtration sur un filtre à tambour rotatif utilisant dérivé ligno-cellulosique comme média filtrant.

**PROCEDE d'ÉLIMINATION des POLYPHENOLS**  
**par TRAITEMENT PHYSICO-CHIMIQUE**  
**dans LES EFFLUENTS des UNITES**  
**de PRODUCTION d'HUILE d'OLIVE**

**Abrégé**

La présente invention concerne un procédé de traitement de dépollution des margines éliminant les substances organiques polluantes notamment les polyphénols. Ledit procédé est facile à mettre en œuvre, donne des résultats très importants en terme d'élimination de la pollution, peu coûteux, moins encombrant que les systèmes de traitement existants et peut s'inclure facilement dans les usines existantes. Ce procédé est caractérisé en ce que l'on soumet les margines, préalablement neutralisées et coagulées, à une filtration sur un filtre à tambour rotatif utilisant dérivé ligno-cellulosique comme média filtrant.

3 0 4 3 7,  
0 1 JUIN 2009

**PROCEDE d'ÉLIMINATION des POLYPHENOLS**  
**par TRAITEMENT PHYSICO-CHIMIQUE**  
**dans LES EFFLUENTS des UNITES**  
**de PRODUCTION d'HUILE d'OLIVE**

La présente invention concerne un procédé de traitement de dépollution des margines éliminant les substances organiques polluantes (polyphénols), facile à mettre en œuvre, peu coûteux et moins encombrant que les systèmes de traitement existants.

Les margines sont des effluents liquides générés par la fabrication de l'huile d'olive. Elles proviennent pour 40 à 50 % du fruit et le reste de l'eau ajoutée pour la trituration. La quantité de margines produite est en moyenne de 1 m<sup>3</sup> par tonne. En raison du volume annuel produit le traitement de cet effluent pose des problèmes environnementaux et économiques importants, dus à la biodégradabilité et à la pollution.

L'extraction de l'huile d'olive engendre la production de deux types de résidus, le grignon et les margines :

- Le grignon est un résidu solide formé des pulpes et noyaux d'olives. Au Maroc ce sous produit est utilisé par certaines huileries industrielles pour produire une huile dite de grignon par l'extraction par solvant (chimique) de son huile résiduelle ou comme combustible dans des chaudières industrielles, des fours et des bains publics (Hammams).
- Les margines proviennent de l'eau de végétation des olives, de l'eau ajoutée lors du procédé d'extraction et de l'eau de lavage.

Chaque année, la trituration des olives laisse derrière elle un effluent qui ne fait que poser de sérieux problèmes à l'environnement. Il s'agit des margines ; qui se caractérisent par une charge polluante élevée vu ses richesses en composés phénoliques.

Les margines apparaissent avoir certaine toxicité pour la microflore. Cela est dû à la présence des composés phénoliques qui se caractérisent par un pouvoir antimicrobien. Ce qui constitue une contrainte pour le traitement biologique.

Les margines sont des effluents très acides dont les valeurs extrêmes du pH sont 4.5 et 5.9. Selon les études antérieures, il faut 1 kg de chaux par 1m<sup>3</sup> de margines pour augmenter le pH d'une unité en cas de traitement par des systèmes aérobie ou anaérobie. Elles comprennent une

forte concentration en charge polluante (DCO moyenne de 100 à 150 g/l), notamment par l'abondance de ses composés phénoliques ainsi qu'une grande toxicité pour la microflore.

Elles sont souvent de couleur brune rougeâtre et d'aspect trouble. Leur odeur rappelle celle de l'huile d'olive qui toutefois peut être gênante en cas de fermentation anaérobie.

La densité des margines est légèrement supérieure à celle de l'eau et elle est estimée à 1.05 pour les margines de pression et 1.02 pour celles de centrifugation.

Les margines contiennent en effet en moyenne 5 à 20 % de résidus secs répartis de la façon suivante :

- matière organiques : 4 à 16 % composés de :
  - matière grasse : 0,02 à 1 %
  - protéines : 1,2 à 2,4 %
  - sucres : 2 à 8 %
  - acides organiques : 0,2 à 1,5 %
  - polyols 1 à 1,5 %
  - pectines, gommés, tanins : 0,2 à 1,3 %
  - composés phénoliques 0,13 à 1 %.
- matières minérales : de 0,4 à 7,2 % composées principalement de potassium, sodium, magnésium et phosphore.

Les substances organiques telles que notamment celles de type acide organique, polyols et composés phénoliques constituent des substances polluantes hydrosolubles.

Au Maroc les margines ont généralement de fortes charges salines dues aux ajouts importants de sel pour la conservation des olives.

Ces caractéristiques confèrent aux margines une pollution au moins 100 fois supérieure à celle des eaux usées urbaines

Au Maroc l'industrie oléicole est une source de problème environnemental. On estime à environ 250.000 m<sup>3</sup> la production annuelle d'eaux résiduaires, appelées margines, de ce secteur. Ces margines posent des difficultés lors de leur évacuation vers des milieux naturels tels que les cours d'eau. Les eaux réceptrices deviennent en effet fortement chargées en matières organiques et en polluants et perdent leur capacité de s'auto-épurer.

Les unités de transformation des olives comprennent les conserveries et les unités de trituration. La trituration des olives est assurée par deux catégories d'huileries :



### **Unités traditionnelles (maâsras)**

Les maâsras traditionnelles ont généralement une capacité de trituration qui ne dépasse pas les 10 T/j, leur nombre dépasse actuellement les 16000 unités. Les capacités de trituration les plus élevées se localisent dans les provinces de Fès-Taounate, Taza, Marrakech, Chefchaoun et Agadir. Ces cinq régions se présentent par conséquent comme les zones les plus sensibles au Maroc et dont les ressources en eau sont menacées par les rejets de margines sans aucun traitement.

Les circuits de production et de transformation des olives, particulièrement auprès des unités traditionnelles (maâsras), engendrent de nombreuses pertes, tant sur le plan quantitatif que qualitatif. Ces unités traitent en moyenne 150.000 à 200.000 tonnes d'olives/an, avec des rendements en huile qui, dans le meilleur des cas, ne dépassent pas 15 litres par 100 kg d'olives triturées.

La qualité des olives et la conduite de la trituration sont à l'origine de la dégradation de la qualité des huiles.

### **Huileries industrielles**

Les unités de trituration modernes et semi-modernes sont au nombre de 287. Leur capacité de trituration minimale est supérieure à 10 T/j. Les huiles produites par ces unités sont généralement de qualité courante.

Au Maroc les unités industrielles utilisent le procédé d'extraction par pression et le procédé continu à trois phases.

La capacité de trituration moyenne par le procédé à trois phases pour une unité est de l'ordre de 35 tonnes par jour. Son rendement d'extraction est généralement voisin de 90 %. Les huiles produites par ce procédé présentent généralement une acidité libre moyenne plus faible que celle des huiles extraites par les maâsras traditionnelles

### **Volume des margines:**

Pour cette estimation nous considérons que seuls 65% de la production moyenne d'olives sont triturés, la moitié par les maâsras avec un taux de production de margines de 0,5 m3 par tonne d'olives et la moitié par les unités industrielles avec un taux de production de margines de 1 m3 par tonne d'olives.

D'après les calculs la production annuelle moyenne des margines au Maroc serait de **l'ordre de 246 000 m3**



### **Nuisances des margines sur l'environnement**

Au Maroc, les margines sont dans la plupart des cas déversées brutes sans aucun traitement dans le milieu naturel, soit directement soit à travers le réseau d'égouts public, et posent de sérieux problèmes de pollution :

- Acidification du milieu
- Destruction de la microflore bactérienne du sol
- Sels potassiques ont un effet néfaste sur les plantations
- Pollution des oueds et barrages et disparition de la vie aquatique
- Pollution de la nappe souterraine
- Forte agressivité, vis-à-vis des matériaux constituant les canalisations.
- Réduction du débit et parfois bouchage des canalisations par le dépôt des matières en suspension
- Impact négatif sur les stations de traitement par voies biologiques.

Par le passé, les margines étaient déversées dans les rivières, ce qui pouvait provoquer leur contamination et faire obstacle au développement de la faune et de la flore. Actuellement, il est donc interdit de rejeter les margines dans le réseau d'assainissement et l'épandage sauvage est également interdit. La majeure partie des margines est donc essentiellement traitée dans des bassins aménagés à ciel ouvert, afin d'évaporer les résidus aqueux, de réduire les volumes et former une boue visqueuse sur les terrains de culture. Cependant, ce type de traitement n'est pas totalement inoffensif pour l'environnement compte tenu de la toxicité résiduelle, les résidus de margine épandus d'une part et les produits d'évaporation d'autre part.

Les techniques d'épuration des margines sont nombreuses. Elles contribuent tous à atténuer l'effet de la pollution. Cependant, la contrainte économique reste le premier souci qui oriente les techniques d'investigations pour le traitement des margines.

De nombreux auteurs ont proposé des procédés basés sur l'évaporation de l'eau et ont constaté que la charge polluante des margines diminue de façon considérable lors de l'évaporation de l'eau. On distingue deux types d'évaporation :

**Evaporation naturelle :** Ce procédé consiste à collecter les margines dans de grands bassins de stockage, peu profonds et ouverts à l'air libre (bassins d'évaporation) et leur élimination par évaporation naturelle.

Ce procédé a été traditionnellement appliqué dans beaucoup de pays producteurs d'huile d'olives. Il a deux principaux avantages:

- Construction simple
- Suivi et entretien ne nécessitant pas une main-d'œuvre très qualifiée

Mais accumule plusieurs inconvénients :

- Grandes superficies  $\sim 2 \text{ m}^2/\text{m}^3$  de margines
- Evaporation freinée par la formation d'une couche d'huile à la surface
- Problème de transport, par camions citernes ou par conduites
- Coûts élevés, à titre d'exemple :
  - Les frais de fonctionnement à 50 DH/m<sup>3</sup>
  - Les frais de fonctionnement + amortissement à 200 DH/m<sup>3</sup>

**Evaporation forcée :** Depuis 1990 un procédé d'évaporation forcée des margines fonctionne en Espagne. Ce procédé est basé sur le principe de l'augmentation de la surface d'évaporation par l'utilisation de panneaux à nids d'abeilles et l'atomisation des margines pulvérisées sur ces panneaux. Des essais avec cette technologie avaient été prévus pour une unité pilote d'évaporation de 2000 m<sup>3</sup>/an à Fès; mais depuis dix ans ce projet n'a pas encore dépassé le stade de planification.

Jusqu'à la campagne 1991/1992 il existait dans les pays producteurs d'huile d'olives deux systèmes de trituration des olives, le système traditionnel de presses et le système continu à trois phases. Ces systèmes utilisent de l'eau et produisent des quantités relativement importantes de margines. Depuis lors, un nouveau procédé d'extraction d'huile fut développé, le procédé continu à deux phases dit « écologique » utilisant très peu d'eau et ne produisant pas de margines. Ce procédé a trouvé une large acceptation dans tous les grands pays producteurs d'huile d'olives. Il a été introduit en 1992 en Espagne et en 1995 environ 50 % des olives destinées à la production d'huile étaient triturées par ce procédé.

Actuellement le gouvernement Espagnol ne subventionne que les huileries qui installent le procédé écologique. Ce procédé est également utilisé au Portugal, en Italie, en France et en Grèce.

Les grignons résultant du procédé écologique continu contiennent 8 à 10% plus d'eau que ceux du procédé à trois phases. Il n'est pas possible de les sécher à l'air libre et c'est la raison

pour laquelle il est indispensable d'équiper les huileries travaillant selon le procédé écologique d'une installation de séchage des grignons.

Dans le procédé dit à deux phases, les margines sont réinjectées dans le tourteau. Toutefois, le problème est alors qu'il est nécessaire d'éliminer une quantité d'eau énorme pour extraire l'huile de grignon d'une part et que d'autre part la qualité de l'huile est affectées en raison de l'imprégnation de la pulpe par les margines avant extraction.

En outre, ce procédé d'épuration de margine s'avère d'un point de vue économique onéreux.

De très nombreux traitement chimiques de purification de la margine ont été proposés. Toutefois, à ce jour, aucun des procédés proposés n'a été développé, car ils ne remplissent pas les objectifs des producteurs en termes d'efficacité, de facilité de mise en œuvre et de rentabilité économique.

On a proposé notamment dans le brevet ES 2 051 238 un procédé d'extraction liquide-liquide des acides, alcools ou phénols des margines, au moyen d'un solvant ou de mélange de solvants non miscibles avec l'eau. C'est un procédé d'extraction liquide-liquide.

Dans le brevet ES 2 024 369, on a proposé un traitement des margines qui inclut une précipitation des acides gras par floculation ou dégradation par des bactéries, le résidu solide restant étant incinéré.

Certains auteurs (P. GARCIA dans GRASAS ACIETES, 1990, 41(3), 263-9) ont proposé de traiter les margines avec de la chaux et un polyélectrolyte comme le PRAESTOL 540 TR pour augmenter la floculation.

D'autres auteurs (F. FEDERICI dans MEDED. FAC. LANDBOUWWET., Rijksunv.gent, 1991, 56(4a), 1573-7) ont proposé d'utiliser des bentones et gélatines afin de réduire les teneurs en polyphénol et en tanin avant de procéder à une fermentation suivie d'une centrifugation et ultrafiltration.

Dans EP 330 626, on a proposé l'évaporation de l'eau des margines à partir de pulpe d'olive imbibée desdites eaux de décharge des moulins à huile, encore appelée « eau de végétation ».

Le but de la présente invention est de fournir un procédé de traitement de dépollution des margines éliminant les substances organiques polluantes, facile à mettre en œuvre, faiblement



coûteux, peu encombrant et permettant de continuer à utiliser le procédé d'extraction de l'huile dit à « trois phases ».

Plus particulièrement, le but de la présente invention est de fournir une eau traitée aux normes en vue de son rejet en milieu naturel ou dans les réseaux d'assainissement.

Un autre but de la présente invention est de fournir un procédé qui valorise la margine en produisant un résidu de filtration utilisable comme combustible.

Selon un autre avantage de la présente invention, on fournit un procédé de traitement, moins encombrant que les autres techniques qui peut s'inclure facilement dans les usines existantes.

Pour ce faire, la présente invention fournit un procédé de traitement de dépollution de la margine issue de l'extraction de l'huile d'olive, caractérisé en ce qu'il comprend une filtration sur un filtre à tambour rotatif utilisant une poudre ligno-cellulosique comme média filtrant.

#### **Descriptif du système de filtration**

Le système de filtration utilisé est un filtre à tambour rotatif qui fonctionne avec trois pompes (2 pompes hydrostatiques et 1 pompe à vide). Après formation de la couche filtrante à partir de la poudre de bois, l'effluent est aspiré vers le bac du filtre, filtré sous pression à travers la couche de farine de bois, puis refoulé vers l'extérieur.

Le système de filtration comprend les équipements suivants :

- Un tambour formé d'un cylindre dont le coté courbe est constitué d'un maillage métallique de trame 150µm. Le cylindre est mis en rotation autour d'un axe passant par le centre des deux surfaces circulaires du cylindre. Le tambour est placé dans une cuve dans laquelle est pompé le liquide à traiter ;
- Une pompe d'alimentation du filtre en poudre de bois ou en effluent ;
- Une pompe à vide met l'intérieur en dépression ( $P < 0$ ), ainsi on force le passage du liquide à traiter de l'extérieur vers l'intérieur du tambour ;
- Une pompe d'évacuation du liquide filtrée.

#### **Étapes de la filtration**

La filtration du rejet liquide à travers le tambour rotatif sous vide passe par plusieurs étapes :

### **Formation de la couche filtrante**

Dans le bac de préparation on déverse la poudre ligno-cellulosique additionnée d'eau. Après 15 minutes de mélange, la poudre s'hydrate et peut être envoyée dans la cuve du filtre.

La quantité de poudre utilisée est fonction essentiellement de trois paramètres :

- volume d'effluent à traiter ;
- durée de travail du filtre ;
- charge de l'effluent.

Une fois le mélange poudre/eau dans la cuve, sous l'effet du vide (créé par la pompe à vide), la poudre adhère au tambour et forme la couche filtrante, alors que l'eau passe à travers le filtre et retourne vers le bac de préparation grâce à un système de recyclage. A ce stade on travail en circuit fermé.

Au fur et à mesure que la poudre se fixe au tambour, la surface de la couche formée est égalisée par un couteau racleur pour la rendre uniforme sur toute la surface du tambour, la poudre ainsi raclée est remise dans le bac de préparation pour servir de nouveau à la formation de la couche filtrante.

L'épaisseur de la couche filtrante est proportionnelle, comme cité au part avant, du volume, de la charge d'effluent et de la durée du travail.

### **Filtration des rejets**

Une fois la couche filtrante formée, les rejets à traiter sont envoyés dans la cuve, grâce à la pompe d'alimentation du filtre.

En traversant la couche filtrante de l'extérieur vers l'intérieur (figure 2) ; les particules en suspension ainsi qu'un grand pourcentage de la matière organique sont retenus à la surface de la couche. Le liquide filtré est refoulé vers l'extérieur grâce à la pompe d'évacuation.

La filtration peut être précédée, suivant la charge de l'effluent, d'une étape de précipitation et/ou coagulation.

La surface filtrante se colmate avec le temps et pour éviter la chute du débit filtré ou l'arrêt de la filtration, la surface colmatée est raclée en continu par un couteau à avancement électromécanique.

### **Fin du cycle de filtration**

Le cycle de filtration prend fin lorsque la couche filtrante est complètement raclée, la cuve est vidangée, la pompe à vide est coupée et la précouche se détache du tambour.

Le média filtrant utilisé est obtenu, pour des raisons économiques et écologiques, par broyage et tamisage des sciures de bois issues de scieries ou de coques de produits ligno-cellulosiques.

Le résidu de filtration, peut être utilisé comme combustible. En effet, le pouvoir calorifique inférieur PCI dudit résidu est de l'ordre de 6000Kcal/Kg.

Selon l'invention, les margines peuvent être traitées de deux façons différentes. Les schémas de traitement seront détaillés dans les exemples ci-dessous.

Selon une autre variante du procédé, celui-ci peut comprendre une étape préalable dans laquelle les effluents sont soumis à une étape de coagulation et/ou floculation.

Ce système de traitement présente également d'autres avantages à savoir, l'utilisation d'un média filtrant naturel.

L'invention décrite de façon générale, est maintenant illustrée par des exemples de réalisation donnés à titre indicatif. Il est à noter que ces résultats ont été obtenus à l'issue du traitement des effluents d'une usine par un prototype de filtre à tambour rotatif dont la surface filtrante est de 2,5 m<sup>2</sup>.

Le suivi des paramètres indicateurs de pollution en terme de DBO5, DCO, MES et polyphénols a été fait d'une manière quotidienne réparti sur les 10 jours. Les prélèvements des eaux brutes et filtrées ont été effectués chaque heure, cadrés sur le cycle de production de l'industrie.

### Exemples 1

Dans cet exemple le schéma de traitement des margines sera constitué de deux étapes successives de filtration sur poudre ligno-cellulosique.

La filière de traitement (Fig1) sera composée d'un :

- \* bassin de décantation des effluents (1),
- \* 1<sup>er</sup> bassin de neutralisation et coagulation (2),
- \* 1<sup>er</sup> filtre à tambour rotatif utilisant la poudre ligno-cellulosique comme média filtrant (3),
- \* 2<sup>ème</sup> bassin de coagulation (4),
- \* 2<sup>ème</sup> filtre à tambour rotatif utilisant la poudre ligno-cellulosique comme média filtrant (5),

La 1<sup>ère</sup> filtration permet d'éliminer une grande partie des impuretés contenues dans la margine. Les pourcentages d'élimination des paramètres indicateurs de pollution MES, DCO, DBO5 et polyphénols sont donnés dans le tableau ci-dessous.

paramètres	coagulation avec le chlorure ferrique	coagulation avec le sulfate d'alumine
	R %	R %
MES (mg/l)	96,6	96,1
DCO (mg/l)	83,0	81,4
DBO5 (mg/l)	82,6	81,4
Polyphénols (g/l)	84,6	84,4

Ces résultats montrent que le traitement des margines par filtration sur la poudre ligno-cellulosique permet d'atteindre des taux d'élimination, des paramètres indicateurs de pollution, très important.

La 2<sup>ème</sup> filtration a pour but d'améliorer la qualité des eaux obtenues à l'issue de la première partie du traitement et d'avoir ainsi une eau qui répond bien aux normes de rejets. Les rendements d'élimination des MES, DCO, DBO5 et polyphénols sont donnés dans le tableau ci-dessous.

paramètres	coagulation avec le chlorure ferrique	coagulation avec le sulfate d'alumine
	R %	R %
MES (mg/l)	99,9	99,9
DCO (mg/l)	98,7	96,8
DBO5 (mg/l)	99,4	98,7
Polyphénols (g/l)	98,6	98,3

## Exemples 2

Dans le 2<sup>ème</sup> exemple le schéma de traitement des margines sera constitué d'une étape de filtration sur poudre ligno-cellulosique suivie d'un traitement biologique.

La filière de traitement (Fig. 2) sera composée d'un :

- \* bassin de décantation des effluents (1'),
- \* 1 bassin de neutralisation et coagulation (2'),
- \* 1 filtre à tambour rotatif utilisant la poudre ligno-cellulosique comme média filtrant (3'),
- \* système de traitement biologique (4'),

Les résultats à la sortie du système de traitement biologique ont été nettement améliorés par rapport à ceux obtenus par l'étape de filtration.

## Revendications

1. utilisation d'un dérivé ligno-cellulosique pour le traitement des effluents des unités de production d'huile d'olive (margines).
2. utilisation selon la revendication 1 d'un dérivé ligno-cellulosique pour l'élimination des polyphénols contenus dans les margines.
3. utilisation selon la revendication 1 d'une poudre ligno-cellulosique micronisée provenant de résineux et/ou de feuillus.
4. procédé de traitement des effluents contenant des polyphénols en particulier les effluents des unités de production d'huile d'olive (margines), caractérisé en ce qu'on soumet lesdits effluents à une filtration par un filtre à tambour rotatif utilisant la poudre ligno-cellulosique comme média filtrant.
5. procédé de traitement d'effluents selon la revendication 4 caractérisé en ce que préalablement à l'étape de filtration les effluents peuvent être soumis à une étape de coagulation et/ou floculation.
6. procédé de traitement d'effluents selon la revendication 4 caractérisé en ce que l'on peut soumettre ledit effluent à deux étapes de filtration successives.
7. procédé de traitement d'effluents selon la revendication 4 caractérisé en ce que l'on peut soumettre ledit effluent à un traitement biologique à la sortie de l'étape de filtration.

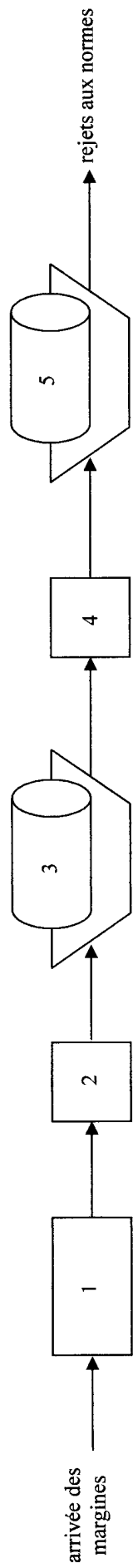


Figure 1

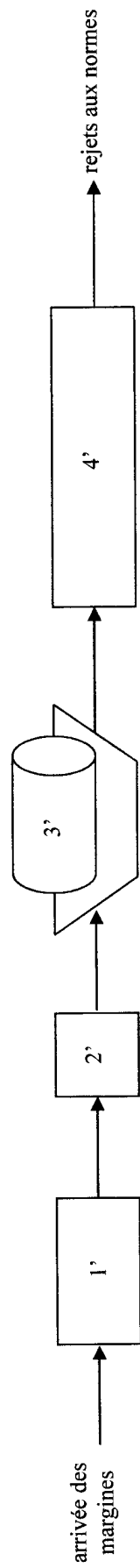


Figure 2