



Qualitative characterization of olive biomass resources and aptitude at valorization of energy in the delegation of Kalâa Kébira (TUNISIA)

Y. M'Sadak^{*(1)}, M. Makhoulouf⁽¹⁾

^[1] Université de Sousse, Institut Supérieur Agronomique de Chott-Mariem, BP 47, CP 4042, Tunisie

* E-mail: msadak.youssef@yahoo.fr

The production of olive oil generates liquid waste (Olive Mill Wastewater) and solid waste (Pomace exhausted) whose anarchic rejection can threaten the environment. Under these conditions, the search for the performance technology for the treatment of the organic fraction of these residues is becomes an urgent necessity. In this perspective, an investigation was conducted on qualitative characterization (physicochemical parameters and indicators of pollution) of olive residues in order to assess their suitability for energy recovery in the delegation of Kalaa Kebira (Sousse, Tunisia).

The samples of Olive Mill Wastewater (OMW) (including acidic pH, EC too high, a ratio COD/BOD₅ indicating ease of biodegradation and strong wealth MOX) and exhausted pomace (particularly dry, rich in carbon and in crude fiber and poor in nitrogen) ensure that the implementation of anaerobic digestion process (or Biomethanation) of olive biomass is feasible. In this respect, the methanogenic potential may be considered variable between 253810 and 1045100 m³ of biogas (Case of OMW) and valued at 129.4 10⁶ MJ (Case of pomace). In addition, the pomace has properties ensuring energy recovery primarily by combustion (heat capacity estimated at 20593 MJ).

Received: 28 April 2017
Accepted: 22 May 2017
Available online: 1 June 2017

Keywords:

Biomethanation,
Combustion,
Olive Mill Wastewaters,
Pomace exhausted,
Qualitative characterization.

Introduction

Le secteur oléicole en Tunisie a compté près de 1670 huileries au cours de la campagne 2003-2004. La production d'huile d'olive était de 280 000 tonnes, ce qui a constitué un record historique [1]. Les procédés d'extraction les plus utilisés par les huileries sont les procédés classiques par pression, les procédés discontinus (super presse) et les procédés continus par centrifugation. Cette activité agro-industrielle, d'une

importance économique vitale pour de nombreux pays de la Méditerranée, est malheureusement associée à la production de grandes quantités de sous-produits oléicoles, qui sont les margines (effluents liquides, parfois dénommés Alpechine [2] et les grignons épuisés (résidus solides formés de fragments de noyaux d'olives et de la pulpe). En effet, l'introduction des systèmes continus à trois phases pour l'extraction de l'huile d'olive ont placé l'olivier dans une position délicate de pollueur potentiel. Par ailleurs, le recours à des récentes technologies

de trituration fonctionnant à deux phases et générant moins d'effluents n'a pas pu pour autant contribuer à résoudre ce problème, notamment, à cause des investissements lourds et des surcoûts qu'occasionne le traitement. Ainsi, la problématique environnementale des sous-produits oléicoles demeure entière, d'où, la nécessité de prospector des voies d'élimination et de valorisation. Parmi les procédés de valorisation, la voie énergétique devient de plus en plus recherchée. L'utilisation de la digestion anaérobie ou Biométhanisation a été signalée comme l'une des technologies les plus prometteuses pour le traitement biologique des margines [3]. Concernant les grignons épuisés, la valorisation thermochimique par combustion semble être l'alternative

Dans cette optique, la présente investigation a été menée pour caractériser qualitativement la biomasse oléicole générée dans la délégation de Kalâa Kébira (Sousse, Tunisie), en estimant énergétiquement le potentiel, tant méthanogène (Cas des margines et des grignons) que calorifique (Cas des grignons) pour une oléiculture durable respectueuse de l'environnement.

Matériel et méthodes

Échantillonnage

Pour caractériser les effluents oléicoles, dans la délégation de Kalâa Kébira, des prélèvements d'un échantillon de margines au niveau de chacun de deux bassins de stockage existants et de six échantillons de grignons épuisés au niveau de deux huileries pour chacun de trois systèmes d'extraction rencontrés (Traditionnel, Super Presse et Continu), ont été accomplis.

Les analyses physico-chimiques des margines ont été opérées au Laboratoire de l'Office National d'Assainissement appartenant à la STEP de Sayada (Monastir), et concernant les grignons épuisés, les analyses ont été réalisées aux Laboratoires de Production Animale et de Chimie de l'Institut Supérieur Agronomique de Chott Mariem (Sousse).

Analyses physico-chimiques

pH : Des mesures ont été effectuées à température ambiante, en utilisant un pH-mètre muni d'une électrode de verre et d'une électrode de référence combinées.

Conductivité Électrique (CE) : La mesure se fait en mS/cm à l'aide d'un conductimètre. Elle est basée sur le fait que la conductance d'une solution s'accroît au fur et à mesure que les concentrations en cations et anions, porteurs des charges électriques, augmentent.

Salinité (S) : Elle est déduite à partir de la CE en appliquant l'expression ci-après.

$$S \text{ (g/L)} = 0,7 \times CE \text{ (mS/cm)}$$

Chlorures (Cl⁻) : Le principe consiste à précipiter les ions de chlorures par le nitrate d'argent en présence de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de teinte rouge caractéristique de chromate de potassium.

Matières En Suspension (MES) : Elles ont été déterminées selon la méthode D-2540 [4]. Un échantillon bien mélangé est filtré. Ensuite, peser le filtre en fibre de verre standard et le résidu retenu sur le filtre séché à une température de 103 à 105 °C pendant une heure. L'augmentation de masse du filtre représente les MES.

Demande Chimique en Oxygène (DCO) : Cet indicateur de pollution organique, est déterminé par la méthode de dichromate de potassium. Le principe de cette méthode est basé sur une oxydation à ébullition (150 °C pendant 2 heures) des matières réductrices par un excès de dichromate de potassium en milieu acide (H₂SO₄), et en présence du sulfate d'argent comme catalyseur et du sulfate de mercure comme complexant des chlorures. A la fin de la réaction, la DCO est évaluée par prise d'un échantillon convenablement dilué avant l'oxydation.

Demande Biologique en Oxygène (DBO) : C'est aussi un indicateur de pollution organique, mesuré au bout de 5 jours (DBO₅). Cette dernière est déterminée selon la méthode respirométrique dans une enceinte thermostatée à 20 °C (AFNOR, T 90-103), à 20 °C et à l'obscurité.

Indice de biodégradabilité (Ib) : Selon RODIER [5], le rapport DCO/DBO₅ permet de déterminer Ib. Ce dernier indique l'importance des matières polluantes peu ou pas biodégradables [5]. Si :

Ib > 6 : Substrat difficilement biodégradable

3 < Ib < 6 : Substrat partiellement (ou moins facilement) biodégradable

Ib < 3 : Substrat très facilement biodégradable

Matière Oxydable (MOx) : Elle constitue l'essentiel de la partie biodégradable de la pollution organique rejetée. C'est un concept purement administratif, qui est exprimé par la formule ci-après.

$$MOx = 2/3 DBO_5 + 1/3 DCO \text{ [6]}$$

Matière Organique (MO) : Elle est déterminée par incinération dans un four à moufle à 500 °C pendant au moins 6 heures, sur des échantillons préalablement séchés et broyés (AOAC). La teneur en MO est appréciée par différence entre la masse sèche et la masse après calcination [7].

Carbone Organique Total (COT) : La détermination du COT est obtenue par déduction comme suit.

$$\% \text{ COT} = \% \text{ MO} / 1,8$$

Azote total (NT) : Il est déterminé par la méthode de Kjeldahl. Le principe de cette méthode consiste à une minéralisation de l'échantillon par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur. L'azote organique se transforme en azote ammoniacal (NH_3) qui est déplacé par la soude et reçu dans une solution titrée d'acide borique. La quantité d' NH_3 présente est mesurée par titration avec l'acide chlorhydrique.

Matières Azotées Totales (MAT) : Elles sont estimées par déduction en appliquant la formule ci-après.

$$\% \text{ MAT} = \% \text{ NT} \times 6,25$$

Rapport C/N : Ce rapport est évalué par l'expression ci-après.

$$\text{C/N} = \text{COT} / \text{NT}$$

Cellulose Brute (CB) : Ce polymère est déterminé par la méthode de Weende. L'échantillon subit deux hydrolyses, l'une acide (H_2SO_4) et l'autre alcaline (KOH). Ces hydrolyses sont séparées par une filtration et un rinçage à l'eau chaude. Le résidu sec constitue la CB qui comprend la cellulose vraie, l'hémicellulose et la lignine.

Appréciation du pouvoir énergétique

La valorisation énergétique des margines et des grignons épuisés est l'une des options à considérer dans le double but, d'une part d'éliminer ces résidus, et d'autre part, d'obtenir des sources d'énergie renouvelable.

Les propriétés physico-chimiques de ces sous-produits permettent de choisir le mode de conversion qui convient le mieux. La biomasse humide sera orientée vers les conversions biologiques (Biométhanisation) et la biomasse sèche sera orientée notamment vers les conversions thermochimiques (en particulier, combustion).

Valorisation biologique

La Biométhanisation est un processus de digestion anaérobie, le plus utilisé pour le traitement biologique des effluents oléicoles liquides à cause de leur charge élevée en MO [8-9-10] permettant d'atteindre généralement un double objectif de valorisation énergétique par récupération de biométhane (CH_4) et de stabilisation des résidus organiques en vue d'une valorisation matière par sa restitution partielle au sol [11]. La digestion anaérobie est particulièrement intéressante, non seulement par le fait qu'elle contribue au traitement des résidus et à la protection durable de l'environnement, mais, aussi parce qu'elle offre, à travers généralement ses trois produits (biogaz, digestat solide et digestat liquide) des possibilités intéressantes, des solutions et des options génératrices des revenus [12]. Une telle valorisation biologique est une solution pouvant combiner trois substrats constituants, à savoir : les résidus du secteur oléicole (marges et grignons), les fientes et le lactosérum. En Tunisie, pour assurer une production de biogaz optimale et une rentabilité pour les investissements, la combinaison parfaite

des ratios de résidus susceptibles d'être considérée est de : 1,0 Grignons ; 2,8 Margines ; 2,7 Fientes et 0,4 Lactosérum. Dans un autre scénario, la combinaison optimale des tonnages de résidus à utiliser était la suivante : Margines 42000 ; Grignons 2000 ; Fientes 20000 ; Lactosérum 42000 [13].

L'application du processus de la digestion anaérobie aux margines permet de transformer environ 80% des substances organiques en biogaz (65 à 70% de méthane) [14] (Tableau 1). Ainsi, la fermentation méthanique permet la dépollution des margines tout en produisant de l'énergie [15-16]. Aussi, la digestion anaérobie favorise la production de 57 ($\pm 1,5$) L de méthane à partir d'un litre de margines [17], la réduction de la toxicité de margines et la diminution du taux de la DCO [18].

ERGÜDER et al [17] ont montré que le traitement anaérobie d'un litre de margines permet un rendement élevé (Tableau 1). Selon l'étude menée en Languedoc-Roussillon (France) [19], les margines représentent un volume de 4 290 m^3 /an. Sur la base de 17 à 70 m^3 de méthane émis par m^3 de margines, et sur la base de 1 kWh pour 0,0857 m^3 de CH_4 [20], l'énergie disponible dans les margines est de 0,85 à 3,50 GWh/an.

Tableau 1 : Méthodes retenues pour l'estimation énergétique des margines

Estimation	Références
1 m^3 de margines produit 24,5 m^3 de méthane. 0,0857 m^3 de CH_4 produit 1 kWh.	FIESTAS ROS DE URSSINOS [20]
Transformation 80% de substances organiques en biogaz.	NEFZAOUI et al [15]
Un litre de margines permet un rendement de 85,4 à 93,4% et 57 L de gaz méthanique.	ERGÜDER et al [17]
1 m^3 de margines produit 17 à 70 m^3 de méthane.	MOUNDY [19]

Valorisations thermochimiques

Les modes de conversion thermochimiques sont variés. À titre indicatif, on peut citer, les trois procédés ci-après.

- **Combustion**, correspondant à l'oxydation complète de la biomasse en présence d'air. Cette réaction fournit de la chaleur utilisée ou convertie en électricité. Les procédés de combustion devront se diversifier vis-à-vis des hydrocarbures, en introduisant une part croissante de produits issus de la biomasse, du charbon et des résidus et devront également accroître les rendements, diminuer les émissions de polluants, et enfin, tendre vers la combustion de l'hydrogène pur, ou mélangé avec des hydrocarbures dans un premier temps, pour réduire ainsi les émissions de CO_2 [21]. Les utilisations de la biomasse comme combustible s'inscrivent dans le cycle naturel du carbone :

Combustion biomasse = $\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{Cendres} + \text{Énergies}$

- **Pyrolyse**, réaction recouvrant les procédés de valorisation thermique de la biomasse en absence d'oxygène [22].

- **Gazéification**, transformation thermochimique d'un combustible solide (charbon, bois, paille, ...) en présence d'oxygène libre ou combiné (O_2 , air, CO_2 , vapeur d'eau, ...) en un combustible gazeux homogène et facilement utilisable [23].

La combustion, procédé le plus répandu, a été retenu pour apprécier le pouvoir calorifique des grignons.

Résultats et discussion

Caractérisation des margines au niveau des bassins de stockage

Tableau 2 : Caractérisation chimique des margines au niveau des bassins de stockage

Paramètre	Unité	Résultats antérieurs	Références	Résultats relevés		
				Bassin de stockage 1	Bassin de stockage 2	Moyenne
pH	-	4,2 à 5,9	EROGLU et al [26]	4,63	4,63	4,63
CE	(mS/cm)	18 à 50	DI SERIO et al [27]	12,48	12,48	12,48
S	(g/L)	-	-	8,74	8,74	8,74

CE : Les margines étudiées ont une CE moyenne trop élevée de 12,48 mS/cm, dépassant de loin la limite admissible de rejet (7,00 mS/cm). Une telle valeur reflète la teneur élevée en sels présents dans ces effluents.

S : La salinité moyenne est de 8,74 g/L. Cette valeur élevée peut être due à la présence excessive de chlorure de sodium dans les margines, liée probablement au salage pratiqué pour conserver les olives jusqu'à leur exploitation, en plus de la richesse naturelle des olives en sels minéraux dissous [29].

Caractérisation environnementale

Ces effluents liquides constituent un important facteur de pollution, du fait qu'ils renferment une fraction organique importante (protéines, lipides, glucides et polyphénols) et

Les margines sont des effluents liquides, d'aspect trouble, de coloration brune-rougeâtre à noire. Leur odeur peut devenir gênante lors des phénomènes de rancissement ou de fermentation [24]. C'est un rejet fortement pollué dont la composition est variable. Cette variabilité dépend de la nature des olives, de leur degré de maturation, des pratiques culturales, du climat, des conditions du sol et de la méthode d'extraction adoptée [25].

Caractérisation chimique

Les résultats d'analyses, relatifs à la caractérisation chimique des margines prélevées au niveau des bassins de stockage dans la délégation de Kalâa Kébira, sont donnés dans le Tableau 2 ci-après.

aussi, par leur acidité moyennement élevée et par leur concentration élevée en matières solides totales [30]. Les effluents étudiés peuvent être considérés comme peu chargés en MES, étant donné que la valeur relevée est située dans la limite inférieure de la fourchette révélée par [20].

Les margines ont un pouvoir polluant très important avec un ratio DCO/DBO₅ moyen de 1,91 (Tableau 3), d'où un indice de biodégradabilité (I_b) < 3, dévoilant ainsi un substrat très facilement biodégradable [5]. La concentration moyenne des chlorures dans les margines est élevée (1,5 g/L) par rapport à la norme Tunisienne de rejet dans le réseau d'assainissement (0,7 g/L). Cependant, elle est de loin inférieure à la fourchette indiquée par [31]. Toutefois, les chlorures ont un pouvoir bio-oxydant sur la plupart des microorganismes, lorsque la concentration dépasse 10 g/L [32], limite loin d'être atteinte.

Tableau 3 : Caractérisation environnementale des margines au niveau des bassins de stockage

Paramètre	Unité	Résultats antérieurs	Références	Résultats relevés		
				Bassin de stockage 1	Bassin de stockage 2	Moyenne
Cl ⁻	g/L	5 à 6	AMIRANTE [31]	1,50	1,50	1,50
MES	g/L	1 à 9	FIESTAS [19] ; HAMDI [9]	1,80	2,10	2,02
DCO	g/L	80 à 200	AL MALLAH et al [33]	65,60	68,00	66,80
DBO ₅	g/L	90 à 100	FIESTAS et BORJA PADILLA [34]	32,00	38,25	35,12
lb	-	-	-	2,05	1,78	1,91
MOx	g O ₂ /L	-	-	43,20	48,16	45,68

Les margines présentent une forte richesse en MOx, qui est de l'ordre de 46 g d'O₂/L. Cette dernière indique la charge polluante importante des margines, d'où leur effet néfaste sur l'environnement.

Caractérisation des grignons épuisés au niveau des huileries

Les grignons sont des sous-produits issus du processus d'extraction d'huile d'olive, composés des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux, constituant ainsi un résidu riche en carbone organique, donc difficilement fermentescible.

Paramètres organiques

La composition des grignons épuisés varie dans de très larges limites selon le stade de maturité, le procédé d'extraction de l'huile, l'épuisement par les solvants. La CE présente les variations les plus importantes [35-36]. Ces variations se répercutent notamment sur la valeur nutritive du produit. Dans l'ensemble, les résultats d'analyses des paramètres organiques des grignons prélevés au niveau de différents systèmes d'extraction d'huile dans la délégation de Kalâa Kébira sont donnés dans le tableau 4 ci-après.

pH : De point de vue pH, le bon développement des bactéries et des champignons responsables de la dégradation de la MO est assuré pour des valeurs de pH respectivement voisines de la neutralité (6 à 8) ou légèrement acides [39]. D'après les résultats trouvés, on constate que le pH de différents échantillons de grignons analysés est dans les normes.

MO : Les grignons sont riches en MO, présentant 95,18% en moyenne, valeur de loin meilleure que celle rapportée dans la littérature [40].

COT : Les grignons sont également riches en COT avec une moyenne de 55,34.

Rapport C/N : Il est souvent considéré comme indice de biodégradabilité d'un substrat organique solide. Toutefois, les teneurs en CB élevées et le taux faible de NT donnent un rapport C/N trop élevé, variable entre 47 et 53.

Paramètres minéraux

Les résultats d'analyses des paramètres minéraux des grignons prélevés au niveau de différents systèmes d'extraction d'huile dans la délégation de Kalâa Kébira sont présentés dans le tableau 5 ci-après.

Tableau 4 : Paramètres organiques des grignons épuisés dans la région d'étude

		CE (mS/cm)	NT (%)	MAT (%)	CB (%)
Système Classique	Huilerie 1	0,58	1,16	7,23	36,87
	Huilerie 2	0,80	1,07	6,70	40,40
Système Super Presse	Huilerie 1	0,65	1,03	6,42	46,97
	Huilerie 2	0,81	1,07	6,68	51,60
Système Continu	Huilerie 1	0,67	1,20	7,49	43,91
	Huilerie 2	0,75	1,06	6,61	41,36
Moyenne relevée		0,71	1,09	6,85	43,51
Résultats antérieurs		-	-	8 à 10 12,4 à 16,2	35 à 50
Références		-	-	TRIGUI [37] ; DPV [38]	DPV [38]

Tableau 5 : Paramètres minéraux des grignons épuisés dans la région d'étude

		pH	MO (%)	COT (%)	C/N (-)
Système Classique	Huilerie 1	6,08	94,89	55,89	48,73
	Huilerie 2	5,98	96,13	55,90	53,15
Système Super Presse	Huilerie 1	7,14	95,72	54,29	53,30
	Huilerie 2	7,05	96,15	55,13	52,52
Système Continu	Huilerie 1	6,21	94,83	55,17	46,74
	Huilerie 2	6,43	93,37	55,65	52,83
Moyenne relevée		6,48	95,18	55,33	51,21
Résultats antérieurs		6 à 8	57,6	-	57 à 60
Références		GOLUEK, 1977	DURANTI et al, 1978	-	TRIGUI, 2008

CE : On peut dire que la CE est acceptable pour tous les échantillons étudiés. Les valeurs enregistrées montrent que tous les échantillons ont une CE de 0,69 à 0,73 mS/cm. La Salinité est relativement faible avec une moyenne de 0,50 g/L.

NT : Des teneurs relativement faibles en azote total ont été relevées, variant entre 1,03% et 1,20%. Les teneurs en MAT sont insuffisantes (6,85%), inférieures aux valeurs mentionnées par TRIGUI [37] et la DPV [38].

CB : Les margines ont montré des fortes teneurs en CB (43,51%), situées dans la fourchette annoncée par DPV [38].

Estimation du pouvoir énergétique de la biomasse oléicole

Margines

En Tunisie, ces effluents liquides ne subissent en général aucun traitement provoquant ainsi un impact négatif sur l'environnement, attribué à leur richesse en matière organique et en particulier en polyphénols [41]. Aujourd'hui, la Biométhanisation est une solution alternative séduisante permettant, dans des conditions technologiques maîtrisées, de produire une énergie renouvelable (Biogaz) à partir des ressources organiques en biomasse humide.

Ce traitement anaérobie s'avère difficile, en raison des teneurs élevées des margines en MES et en substances organiques comme les polyphénols, les sucres, les acides organiques et les

tannins. Le déroulement du processus a été rapporté par FIESTAS ROS URSINOS et al, [42] ; HAMDI [43] ; HAMDI et GARCIA [44] ; SAYADI et al [18] et la production de biogaz issue de la Biométhanisation a été étudiée par MOUNCIF et al [45]. Le traitement anaérobie des margines permet de convertir environ 80% de la MO en biogaz et la dépollution des margines, tout en produisant de l'énergie [46]. Des réductions de 70 à 89% de la DCO ont été obtenus pour des procédés anaérobies [47-48]. En plus d'une réduction substantielle sur la DCO, DALIS et al [49] ont énoncé des réductions importantes (> 75%) pour les concentrations des phénols toxiques et des acides gras volatils en employant un réacteur anaérobie à deux étapes.

Les estimations dévoilées au niveau du Tableau 2 ont été utilisées pour calculer d'une façon approximative la quantité de biogaz (ou de méthane) produite à partir de la quantité moyenne des margines disponibles dans la région d'étude (14 930 m³/an) (Tableau 6).

Tableau 6 : Estimation du potentiel méthanogène des margines dans la région d'étude

Références	Quantité disponible (m ³ /an)	Résultats relevés
FIESTAS ROS DE URSSINOS et al [20]	14930	365 785 m ³ /an de méthane. 4,303 GWh/an.
NEFZAOUI et al [15]		11944 m ³ de biogaz.
EUGUDER et al [17]		852,503 10 ⁶ L de gaz méthanique
MOUNDY [19]		253810 à 1045100 m ³ de méthane.

Grignons épuisés

Les grignons sont généralement peu ou mal valorisables. Le pressage plus performant et l'extraction préalable des noyaux permettent d'envisager des valorisations énergétiques par combustion. Dans les huileries utilisant des systèmes produisant des grignons pâteux, la valorisation par Biométhanisation pourrait être envisageable. Toutefois, la saisonnalité de la production (répartie sur trois mois par an) constitue une sérieuse limite pour la filière biogaz.

La valorisation des grignons par combustion représente actuellement dans la majorité des pays, l'application la plus courante. Ce processus nécessite la fabrication d'un granulé à partir d'un mélange de grignons et de bois, à raison d'une teneur massique en grignons de seulement 10%, pour assurer une bonne cohérence des granulés et pour respecter les limites réglementaires d'émissions polluantes des chaudières domestiques à biomasse. L'expérience de cette valorisation a été réalisée dans un laboratoire en utilisant une balance

électrique, un chauffe-ballon pour chauffer l'eau distillée utilisée, une quantité bien déterminée de grignons séchés, un conteneur bien calorifugé (calorimètre) contenant une quantité d'eau bien déterminée et un thermomètre [50]. Pour déterminer la capacité calorifique de grignons séchés, on pèse tout d'abord une masse de grignons épuisés. Chaque fois, on mesure la température de l'eau chaude et du grignon avant l'échange thermique entre eux. Le grignon sera alors injecté dans l'eau au sein du conteneur. À l'équilibre thermique entre l'eau et le grignon, on mesure la température.

Le bilan thermique ci-après permet de déterminer la capacité calorifique des grignons (Quantité de chaleur emmagasinée dans l'eau chaude transférée ou cédée vers les grignons épuisés).

$$m_e \times C_{pe} \times \Delta T_e = m_{gr} \times C_{pgr} \times \Delta T_{gr}$$

Avec :

m_e = Masse de l'eau

C_{pe} = Capacité calorifique de l'eau

ΔT_e = Différence de température de l'eau
 mgr = Masse des grignons
 Cpgr = Capacité calorifique des grignons
 ΔT_{gr} = Différence de température des grignons

En se basant sur les estimations établies pour la détermination du pouvoir calorifique des grignons et en considérant que la production annuelle moyenne des grignons dans la délégation Kalâa Kébira est de 6093 tonnes, on peut évaluer leur pouvoir calorifique (Tableau 7).

Tableau 7 : Estimation de la valeur calorifique des grignons dans la région d'étude

Estimation	Références	Résultats relevés
Cp des grignons = 16,7 MJ/kg	SMITH et al [50]	101,75 10 ⁶ MJ
Cp des grignons secs = 3379,88 J/kg	DARDOURI et al [51]	20,593 10 ³ MJ

En se basant sur les caractéristiques chimiques des échantillons testés et de leur pouvoir polluant, on peut affirmer que la Biométhanisation peut être aussi considérée comme une solution adéquate pour la valorisation des grignons épuisés. Cette méthode est la plus appropriée pour le traitement des effluents contenant de fortes concentrations de carbone organique, suite à l'applicabilité limitée des traitements aérobies, en raison du coût de l'aération [52]. Selon une estimation de la Chambre Régionale d'Agriculture de Provence-Alpes-Côte d'Azur, France [53], la valeur énergétique des grignons est d'environ 5900 kWh/t, donc, on peut obtenir à partir de grignons disponibles un potentiel méthanogène de 35948,7 10³ kWh, ce qui correspond à : 35948,7 10³ kWh x 3,6 MJ = 129,4 10⁶ MJ, résultat largement meilleur que celui obtenu par combustion, d'autant plus que cette dernière occasionne une pollution plus importante.

Conclusion

La protection de l'environnement et la maîtrise de l'énergie sont l'un des piliers du développement durable, qui constitue un enjeu majeur. Parmi les opportunités de substitution les plus pertinentes, la biomasse générée annuellement par l'oliveraie Tunisienne est citée comme une source énergétique renouvelable disponible pour la production éventuelle d'énergie suite à une fermentation anaérobie de ses résidus.

À l'issue de ce travail préliminaire, relatif à la caractérisation et à l'étude de l'aptitude à la valorisation énergétique de la biomasse oléicole, on a pu dévoiler que les margines prélevées au niveau des bassins de stockage sont des effluents très acides (pH de 4,6) à très forte charge saline (8,7 g/L). Ces effluents renferment une teneur acceptable en MES de 2,02 g/L et des valeurs élevées en matière organique polluante (DCO et DBO₅). Ces diverses teneurs dépassent largement les teneurs chimiques des rejets des eaux usées domestiques ou urbaines. Aussi, cette étude a pu révéler que le pH de différents échantillons de grignons épuisés analysés est proche de la limite inférieure admissible, la CE est faible favorisant le

mécanisme de fermentation, le rapport C/N est trop élevé, la teneur en MO est importante et la teneur en CB est aussi élevée.

Partant de ces diverses caractéristiques, il convient d'affirmer que les margines présentent une bonne aptitude à la valorisation énergétique par voie biologique (Biométhanisation), produisant ainsi du biogaz. L'estimation de leur potentiel méthanogène possible est fort intéressante, toutefois, la mise en œuvre de leur digestion anaérobie est relativement délicate en raison de la présence de quelques substances inhibitrices notamment les polyphénols. Par ailleurs, les caractéristiques qualitatives des résidus oléicoles solides permettent de garantir que les valorisations énergétiques par voie thermochimique (combustion) ou par Biométhanisation pourraient être envisageables, tout en produisant de la chaleur et de biogaz.

Références bibliographiques

- Ministère de l'Agriculture, des Ressources Hydrauliques et de la Pêche (MRHA). Document Direction Générale de la Production Végétale, **2009**.
- A Ramos-Cormenzana, M Monteoliva-Sanchez, M.J Lopez. Bioremediation of Alpechin. International Biodeterioration & Biodegradation, **1995**, 249-268.
- I.P Marques. Valorization of polluters resources by anaerobic digestion. Olive mill wastewaters and piggery effluent. (In Portuguese), PhD. Technical University, Instituto Superior Técnico, Lisbon, **2000**, 200.
- APHA. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater', American Public Health Association, 21th Edition, Washington D.C. **2005**.
- J Rodier. L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eaux de mer, Huitième édition. DUNOD Paris, **1996**, 1384.
- P Servais, G Billen. Note sur le calcul des apports ponctuels à prendre en compte dans les modèles Prose et Sénèque à partir des données disponibles sur les rejets de STEP, **sd**, 10.
- J.M Pauwels, E Vanrust, M Verloo, Z.E Mvoudo. Manuel de laboratoire de pédologie : Méthodes d'analyses des sols et des plantes. Publications Agricoles, **28**, **1992**, 265.
- J.A Fiestas Ros De Ursinos. Différentes utilisations des margines : recherches en cours, résultats et applications. In : Séminaire International sur la Valorisation des Sous-produits de l'Olivier. PNUD/FAO. Monastir, Tunisie, **1981**, 93-95.
- M Hamdi. Nouvelle conception d'un procédé de dépollution biologique des margines, effluents liquides de l'extraction de l'huile d'olive. Thèse de Doctorat de l'université de Provence Marseille, France, **1991**, 190.

10. R Borja, A Martin, V Alonso, I Garcia, C.J Banks. Influence of different aerobic pre-treatment on the kinetic of anaerobic digestion of olive mill wastewater. *Water Research*. 19, **1994**, 489-495.
11. R Bayard, R Gourdon. Évaluation du potentiel de valorisation par digestion anaérobie des gisements de déchets organiques d'origine agricole et assimilés en Haïti. Université de Lyon. Revue francophone d'écologie industrielle - n° 60-2011, **2009**, 31-41.
12. G Lettinga. The anaerobic treatment approach towards a more sustainable and robust environmental protection. *Water Science & Technology*, **2005**, 52 (1-2), 1-11.
13. Réseau des Entreprises Maghrébines pour l'Environnement (REME). Gestion des déchets organiques : Valorisation des Déchets dans le Secteur Agroalimentaire au Maghreb, **2011**, 31.
14. M Mouncif, A Achkari-Begdouri, M Faid. Traitement des margines par digestion anaérobie. *Actes Inst. Agron. Vet. Maroc*, 13 (2), **1993**, 13-19.
15. A Nefzaoui. Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits. Séminaire sur l'économie de l'olivier (CEE.CIHEAM.TUNISIE), Tunis, **1987**, 17-21.
16. P.Y Loulan, Y Thelie. Procédé et dispositif de traitement par fermentation méthanique des eaux résiduaires lipidiques, Brevet Français, 2620439, **1987**.
17. T.H Erguder, E Guven, G.N Demirer. Anaerobic treatment of olive mill wastes in batch reactors. *Process Biochemistry*, **2000**, 36, 243-248.
18. S Sayadi, N Allouche, M Jaoua, F Alaoui. Detriment effects of high molecular-mass polyphenols on olive mill wastewater biotreatment. *Process Biochemistry* **2000**, 35, 725-735.
19. P.J Moundy. Réalisation d'une étude régionale relative à la valorisation énergétique de la biomasse dans le cadre de l'élaboration du schéma régional des énergies renouvelables du Languedoc-Roussillon. SARL Alcina, **2011**, 59-93.
20. J.A Fiestas Ros De Ursinos. Différente utilisation des margines : recherche en cours, résultats et applications. In : Séminaire International sur la Valorisation des Sous-produits de l'Olivier. PNUD/FAO. Monastir, Tunisie, **1981**, 93-95.
21. D.K Faradji. Contribution à la valorisation énergétique de la biomasse. Doctorat en physique énergétique et matériaux, Université Abou Bekr Belkaid, Faculté des sciences, Algérie, **2011**, 12-35.
22. L Van De Steene, P Girard, C Foret. Le point sur la gazéification de la biomasse. *Bois Energie*, **2003**, 1, 25-28.
23. R Rachida. Étude d'un mini-réacteur torique gaz/liquide et contribution à la production de l'hydrogène à partir des micro-algues. Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene Bab Ezzouar, Algérie, **2009**.
24. S Khoufi, F Feki, S Sayadi. Detoxification of olive mill wastewater by electrocoagulation and sedimentation processes. *Journal of Hazardous Materials* **2007**, 142, 58-67.
25. V Tamburino, S.M Zimbone, P Quattrone. Accumulation et écoulement des margines par épandage sur les sols agricoles. *Olivae* **1999**, 76, 36-45.
26. E Eroglu, I Eroglu, U Gündüz, M Yücel. Effect of clay pretreatment on photofermentative hydrogen production from olive mill wastewater. *Bioresource Technology*, **2008**, 99, 6799-6808.
27. M.G Di Serio, B Lanza, M.R Mucciarella, F Russi, E Iannucci, P Marfisi, A Madeo. Effects of olive mill wastewater spreading on the physico-chemical and microbiological characteristics of soil. *International Biodeterioration and Biodegradation*, **2008**, 62, 403-407.
28. C.S Parinos, C.D Stalikas, S Gianno Poulos, G.A Pilidis. Chemical and physicochemical profile of wastewaters produced from the different stages of Spanish style green olives processing. *Journal of Hazardous Materials*, **2007**, 145, 339-343.
29. A Esmail, H Abed, M Firdaous, N Chahboun, Z Mennane, E.H Berny, M Ouhsine. Étude physico-chimique et microbiologique des margines de trois régions du Maroc (Ouzazzane, Fès Boulman et Béni Mellal). *J. Mater. Environ. Sci.*, **2014**, 5 (1), 121-126.
30. H Obied, M Allen, D Bedgood, P Prenzler, K Robards, R Stockmann. Bioactivity and analysis of biophenols recovered from olive mill waste. *Journal of Agrical Food Chemistry*, **2005**, 53, 823-837.
31. P Amirante. Traitement et utilisation des sous -produits. Séminaire international sur les innovations scientifiques et leur application en oléiculture et oléotechnie. Florence. Italie, Eds COI, **1999**, 44.
32. A Jail, F Boukhoubza, A Nejmeddine, S Sayadi, L Hassani. Co-treatment of olive-mill and urban wastewaters by experimental stabilization ponds. *Journal of Hazardous Materials*, **2010**, 176, 893-900.
33. K Al-Malah, M.O.J Azzam, N.I Abu-Lail. Olive mills effluent (OME) wastewater post-treatment using activated clay. *Separation and Purification Technology*, **2000**, 20, 225-234.
34. J.A Fiestas, R Borja. Use and treatment of olive mill wastewater: current situation and prospects in Spain. *Grasas y Aceites*, **1992**, 43, 101-106.
35. A Nefzaoui, M Vanbelle. Publications du laboratoire de Biochimie de la Nutrition (UCL), **1984**, 80.
36. A Nefzaoui. Valorisation des résidus ligno-cellulosiques dans l'alimentation des ruminants par les traitements aux alcalis. Application aux grignons d'olive. Thèse Docteur Ing. Faculté des Sciences. Université Catholique de Louvain, **1985**, 345.
37. A Trigui. Étude en vue de l'élaboration d'un plan d'action pour l'utilisation énergétique des sous-produits de l'olivier en Tunisie. Consultation auprès du PNUD Tunisie, ANME (33/2008), Projet 00058135, **2008**, 121.
38. Direction de la Production Végétale (DPV). Brochure technique. Ministère de l'Agriculture, Rabat, Maroc, **2009**.
39. C.G Golueke. Biological processing and hydrolysis. In: D.G. Wilson, Editor, *Handbook of Solid Waste Management*, Van Norstrand Reinhold, New York, **1977**, 197-225.
40. E Duranti, P Polidori, V Rongoni, D.M Sarti. Composizione chimica, digeribilità, valore nutritivo di una sausa vergine derivata da pasta snocciolata di olive addizionate di enzimi. *Ann. Fac. Agr. IUniv. Perugia*, **1978**, 32, 413-431.
41. H Iboukhoulief. Traitement des margines des huileries d'olive par les procédés d'oxydation avancée bases sur le système Fenton-like (H₂O₂/Cu). Thèse de Doctorat. Université Mouloud Mammeri, Faculté des sciences. Tizi Ouzou, Algérie, **2014**, 120.
42. J.A Fiestas Ros Ursinos, G.R Navarro, G.R Leon, B.A Garcia, G.M Maestrojuan Saez De De Jauragui. Depuración del apechin como fuente de energia. *Grasas y Aceites*, **1982**, 33, 265-270.
43. M Hamdi, H Bouhamed, R Ellouz. Integrated biological process for olive mill wastewaters treatment Bioprocess, Eng, **1992**, 8, 79.
44. M Hamdi, J.L Garcia. Comparison between anaerobic filter and anaerobic contact of olive mill wastewaters. *Appl. Microbial. Rev.*, **1991**, 13, 125-135.
45. M Mouncif, A Achkari-Begdouri, M Faid. Traitement des margines par digestion anaérobie. *Actes Inst. Agron. Vet. Maroc*, **1993**, 13 (2), 13-19.
46. J.J Lay, Y Li, T Noike, J Endo, S Ishimoto. Analysis of Environmental Factors Affecting Methane Production from High Solids Organic Wastes," *Water Science and Technology*, **1997**, Vol. 35, No. 6-7, 493-500.
47. R Borja, A Martin, V Alonso, I Garcia, C.J Banks. Influence of different aerobic pre-treatment on the kinetic of anaerobic digestion of olive mill wastewater. *Water Research*. **1994**, 19, 489-495.
48. I.P Marques, A Texeira, L Rodrigues, S.M Dias, J.M Novais, Anaerobic co-treatment of olive mill and piggery effluents. *Environ Technol*, **1997**, 18, 265-274.
49. D Dalis, K Anagnostidis, A Lopez, I Letsiou, L Hartmann. Anaerobic digestion of total raw olive mill wastewater in a two-stage pilot plant (Up-flow and fixed-bed bioreactors). *Bioresour Technol*, **1996**, 57, 237-243.
50. K.R Smith, M Kalt Schmitt, D Thrän. Renewable Energy from Biomass. *Encyclopedia of Physical Sciences and Technology*. Academic press, San Diego, California, USA, **2001**.
51. S Dardouri, L Hraiech, A Mhimid. Valorisation énergétique de grignons d'olives et étude de performance de l'installation de séchage. VI^{ème} Congrès International sur les Energies Renouvelables et l'Environnement, **2012**, 8 p.
52. S Djadoun. Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignons d'olives assistée par micro-ondes. Département de Chimie. Université Mouloud Maameri de Tizi Ouzou, **2011**, 73.

53. Chambre Régionale d'Agriculture de Provence Alpes Cotes d'Azur. Étude de la biomasse agricole et de première transformation mobilisable en région PACA : Méthodologie et synthèse, **2009**, 62.