République Algérienne Démocratique Et Populaire Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Abdelhamid benbadis

Faculté de science de la nature et de la vie

Département d'agronomie

Thèse :

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de doctorat LMD

Option :

Développement agricole et agroalimentaire

Par BENGUENNOUNA Noureddine

THEME :

Réutilisation des eaux usées traitées en irrigation agricole et de l'alimentation animale

Soutenue publiquement le :09/07/2026

Membres du jury :

Jury	Nom et prénom	Grade	Etablissement
Président	Ghellamallah Amine	Professeur	Université de Mostaganem
Directeur de thèse	Benabdelmoumene Djilali	Professeur	Université de Mostaganem
Co-Directeur de thèse	Bouzouina Mohamed	Professeur	Université de Mostaganem
Examinateur	Choukri Tefiani	Professeur	Université de Tlemcen
Examinateur	Benamar Nardjess	Professeur	Université de Mostaganem
Examinateur	Sassi el Hachemi	MCA	Université de Tiaret

Année universitaire :2025-2026

REMERCIEMENTS

Je tiens, en premier lieu, à exprimer ma profonde gratitude à Dieu, le Tout-Puissant, pour m'avoir accordé la santé, la force et la persévérance nécessaires à l'aboutissement de ce travail de recherche.

J'adresse mes remerciements les plus sincères et respectueux à Monsieur le Professeur **Benabdelmoumene Djilali**, directeur de cette thèse, pour avoir accepté de diriger ce travail. Je lui suis profondément reconnaissant pour la qualité de son encadrement, sa rigueur scientifique, ainsi que pour ses orientations éclairées et ses conseils avisés, qui ont été déterminants à toutes les étapes de cette recherche.

Je tiens également à exprimer ma sincère reconnaissance à Monsieur le Professeur **Bouzuina Mohamed** pour avoir accepté de co-encadrer cette thèse. Je le remercie pour ses conseils avisés et l'intérêt qu'il a porté à ce travail.

Je souhaite adresser mes remerciements distingués à Monsieur le Professeur **Ghellam Allah Amine**, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le jury de soutenance.

J'exprime également ma sincère gratitude à Monsieur le Professeur **Choukri Tafiani**, pour avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce travail.

Mes remerciements vont également à Madame le Professeur **Benamar Nardjess**, pour l'intérêt qu'elle a porté à cette recherche en acceptant de faire partie du jury.

J'adresse également mes remerciements à Monsieur le Maître de Conférences A **Sassi El Hachmi**, pour sa disponibilité et pour avoir accepté de juger ce travail.

J'adresse ma profonde gratitude au Professeur **Dahmouni** pour sa disponibilité, ses orientations scientifiques, ses conseils précieux et son accompagnement, qui ont constitué un soutien déterminant dans la réalisation de ce travail.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à mes collègues et collaborateurs de laboratoire, notamment notre profeeseur **Zined Bengherbi** ,**Ahmed Cheraa, Boukhatem Nabil, Ali Salhi, Foudil Mustafa Kamal, Ilyas bouhrem, kadar Nassima,Soltani fatiha**, **Ahmed mediani,wassim,Warda bouhella,** pour leur collaboration, leur soutien et les échanges scientifiques constructifs qui ont contribué à la réalisation de cette étude.

Ainsi qu'à l'ensemble des personnes ayant contribué, directement ou indirectement, à la réalisation de ce travail et à la valorisation scientifique des résultats obtenus.

(Latrech Hanane,Saber dada,diafalah halima,cheniki sara,batoule et Hajba chaimma,chaniki sara,senouci ,rhamnia).

Enfin, je tiens à exprimer ma reconnaissance à toutes les personnes et institutions ayant apporté leur soutien à ce projet de recherche.

Dédicace

Au terme de ce travail de recherche, je rends grâce à Dieu, le Tout-Puissant, pour m'avoir accordé la force, la patience et la persévérance nécessaires à son accomplissement.

Je dédie ce travail :

À la mémoire de mon **père,** que Dieu, le Tout Miséricordieux, lui accorde Sa clémence et l'accueille dans Son infinie miséricorde. Son exemple, ses valeurs et ses sacrifices resteront à jamais une source d'inspiration dans mon parcours.

À ma **mère,** en témoignage de ma profonde gratitude pour ses sacrifices constants, son amour inconditionnel, son soutien indéfectible et ses prières qui m'ont accompagné tout au long de mon chemin académique et personnel.

À ma **femme**, dont la compréhension, la patience et le soutien moral m'ont porté pendant les périodes difficiles.

À mes enfants, **Walid** et **Houda**, dont l'amour et la présence quotidienne ont été une source inépuisable de motivation et de réconfort.

À mes frères (**Belkacem**, **Rachid, Mokhtar**) et **sœurs**, ainsi qu'à leurs enfants, pour leur affection, leurs encouragements et leur soutien. Je leur souhaite santé, réussite et protection divine, ainsi qu'à l'ensemble de la famille **BENGUENOUNA,** pour leur attachement et leur solidarité.

À mes collègues et amis, pour leur soutien, leurs conseils et les moments de partage qui ont contribué à rendre ce parcours plus enrichissant.

À mes camarades de promotion, avec lesquels j'ai partagé les efforts, les défis et les expériences marquantes de ce parcours universitaire**.**

Abstract

Water scarcity is increasingly limiting agricultural sustainability in Mediterranean semi-arid regions, making treated wastewater a strategic alternative to conventional irrigation resources. This thesis assessed its reuse through an integrated food chemistry approach combining biological effluent upgrading by *Azolla microphylla* and quality evaluation of two contrasting food matrices: Chemlal olive oil and orange juice.

Azolla microphylla markedly improved domestic wastewater quality. Chemical oxygen demand decreased from 376–392 to 20 mg/L after 28 days, corresponding to 94.9% removal, while biological oxygen demand declined from 480–507 to 53 mg/L, reaching 89% removal. Total suspended solids decreased from 250 ± 25 to 14.567 ± 0.5 mg/L within 7 days and remained close to 14–15 mg/L until day 35, indicating approximately 94% removal. Heavy metals were also strongly reduced after 35 days, with removal efficiencies of 80% for Pb, 80% for Cd, 76% for Cu, 84% for Zn, 83% for Fe and 85% for Mn. These results confirm the efficiency of *A. microphylla* as a low-cost biological polishing system prior to agricultural reuse.

In Chemlal olive oil, irrigation with treated wastewater preserved the main quality attributes and enhanced several functional markers. The corresponding oil showed the highest lipid content, 96.50 ± 0.50%, total polyphenols, 604.76 ± 26.26 mg GAE/kg, and DPPH activity, 53.50 ± 1.51%. It also presented the lowest peroxide value, 6.80 ± 1.14 meq O_2/kg, low UV oxidation indices, K232 = 1.611 ± 0.080 and K270 = 0.059 ± 0.008, and a favorable fatty acid profile, with 62.60 ± 3.13% oleic acid, 6.80 ± 0.34% linoleic acid and an oleic/linoleic ratio of approximately 9.21. These findings indicate strong phenolic protection, limited oxidative deterioration and good nutritional quality in the lipid matrix.

Orange juice exhibited a more sensitive response. Irrigation with treated wastewater increased total polyphenols from 81.20 to 275.64 mg GAE/100 mL, corresponding to a 3.39-fold increase, but this enrichment was not translated into stronger antioxidant functionality. Compared with the treated-wastewater juice, the well-water juice showed higher flavonoids, 7.74 versus 4.23

mg QE/mL, higher DPPH activity, 69% versus 59%, higher ABTS activity, 74.5% versus 64.2%, and higher FRAP values, 1.86 versus 1.49 mmol TE/L. The treated-wastewater juice also showed higher TBARS, 1.75 versus 1.22 mg MDA/kg, and higher total aerobic mesophilic flora, 35×10^2 versus 2×10^2 UFC/mL, although total coliforms, thermotolerant coliforms and *Salmonella* were absent in both juices.

Overall, the results demonstrate that the food-quality outcome of treated wastewater reuse is strongly matrix-dependent. The lipid matrix of Chemlal olive oil maintained a favorable fatty acid, phenolic and oxidative profile, whereas the aqueous acidic matrix of orange juice was more susceptible to oxidative and microbiological shifts despite its higher total polyphenol content. Therefore, the safe reuse of treated wastewater in food production should be assessed through matrix-specific food chemistry criteria, integrating contaminant removal, bioactive compound functionality, oxidative stability, microbiological safety and the chemical integrity of the final food matrix.

Keywords: treated wastewater; *Azolla microphylla*; phytoremediation; Chemlal olive oil; orange juice; polyphenols; fatty acids; antioxidant activity; oxidative stability; food safety.

Résumé

La raréfaction de l'eau limite de plus en plus la durabilité agricole dans les régions méditerranéennes semi-arides, faisant des eaux usées traitées une alternative stratégique aux ressources d'irrigation conventionnelles. Cette thèse évalue leur réutilisation à travers une approche intégrée de chimie alimentaire, combinant l'amélioration biologique de l'effluent par *Azolla microphylla* et l'évaluation de la qualité de deux matrices alimentaires contrastées : l'huile d'olive Chemlal et le jus d'orange.

Azolla microphylla a nettement amélioré la qualité des eaux usées domestiques. La demande chimique en oxygène est passée de 376–392 à 20 mg/L après 28 jours, correspondant à un abattement de 94,9 %, tandis que la demande biologique en oxygène a diminué de 480–507 à 53 mg/L, atteignant 89 % d'élimination. Les matières en suspension totales ont chuté de 250 ± 25 à 14,567 ± 0,5 mg/L dès le 7^{e} jour, puis sont restées proches de 14–15 mg/L jusqu'au 35^{e} jour, indiquant un abattement d'environ 94 %. Les métaux lourds ont également été fortement réduits après 35 jours, avec des taux d'élimination de 80 % pour le Pb, 80 % pour le Cd, 76 % pour le Cu, 84 % pour le Zn, 83 % pour le Fe et 85 % pour le Mn. Ces résultats confirment l'efficacité d'*A. microphylla* comme système biologique de finition à faible coût avant une éventuelle réutilisation agricole.

Dans l'huile d'olive Chemlal, l'irrigation par eaux usées traitées a préservé les principaux attributs de qualité et amélioré plusieurs marqueurs fonctionnels. L'huile correspondante a présenté la teneur en lipides la plus élevée, avec 96,50 ± 0,50 %, ainsi que les teneurs les plus importantes en polyphénols totaux, 604,76 ± 26,26 mg EAG/kg, et l'activité DPPH la plus élevée, 53,50 ± 1,51 %. Elle a également montré l'indice de peroxyde le plus faible, 6,80 ± 1,14 meq O_2/kg, de faibles coefficients d'oxydation UV, avec K232 = 1,611 ± 0,080 et K270 = 0,059 ± 0,008, ainsi qu'un profil en acides gras favorable, marqué par 62,60 ± 3,13 % d'acide oléique, 6,80 ± 0,34 % d'acide linoléique et un rapport oléique/linoléique d'environ 9,21. Ces résultats indiquent une forte protection phénolique, une oxydation limitée et une bonne qualité nutritionnelle de la matrice lipidique.

Le jus d'orange a montré une réponse plus sensible. L'irrigation par eaux usées traitées a augmenté les polyphénols totaux de 81,20 à 275,64 mg EAG/100 ml, soit une augmentation de 3,39 fois, mais cet enrichissement ne s'est pas traduit par une meilleure fonctionnalité antioxydante. Comparativement au jus issu des eaux usées traitées, le jus issu de l'eau de puits a présenté des teneurs plus élevées en flavonoïdes, 7,74 contre 4,23 mg EQ/ml, une activité

DPPH plus forte, 69 % contre 59 %, une activité ABTS plus élevée, 74,5 % contre 64,2 %, ainsi que des valeurs FRAP supérieures, 1,86 contre 1,49 mmol ET/L. Le jus issu des eaux usées traitées a également présenté des TBARS plus élevés, 1,75 contre 1,22 mg MDA/kg, ainsi qu'une flore mésophile aérobie totale plus importante, 35×10^2 contre 2×10^2 UFC/ml, bien que les coliformes totaux, les coliformes thermotolérants et *Salmonella* aient été absents dans les deux jus.

Globalement, les résultats démontrent que l'effet des eaux usées traitées sur la qualité alimentaire dépend fortement de la matrice étudiée. La matrice lipidique de l'huile d'olive Chemlal a maintenu un profil favorable en acides gras, en composés phénoliques et en stabilité oxydative, tandis que la matrice aqueuse acide du jus d'orange s'est révélée plus sensible aux déséquilibres oxydatifs et microbiologiques malgré sa teneur plus élevée en polyphénols totaux. Ainsi, la réutilisation sûre des eaux usées traitées en production alimentaire doit être évaluée à partir de critères spécifiques à chaque matrice, intégrant l'élimination des contaminants, la fonctionnalité des composés bioactifs, la stabilité oxydative, la sécurité microbiologique et l'intégrité chimique du produit alimentaire final.

Mots-clés : eaux usées traitées ; *Azolla microphylla* ; phytoremédiation ; huile d'olive Chemlal ; jus d'orange ; polyphénols ; acides gras ; activité antioxydante ; stabilité oxydative ; sécurité alimentaire.

الملخّص

تُعد ندرة المياه من أهم العوامل التي تحدّ من استدامة الزراعة في المناطق المتوسطية شبه الجافة، مما يجعل إعادة استخدام المياه العادمة المعالجة بديلاً استراتيجياً لموارد الري التقليدية. تهدف هذه الأطروحة إلى تقييم إعادة استخدام هذه المياه من خلال مقاربة متكاملة في كيمياء الأغذية، تجمع بين التحسين البيولوجي لجودة المياه العادمة باستعمال *Azolla microphylla*وتقييم جودة مصفوفتين غذائيتين مختلفتين: زيت الزيتون من صنف شملال وعصير البرتقال.

أظهرت *Azolla microphylla*قدرة عالية على تحسين جودة المياه العادمة المنزلية. فقد انخفض الطلب الكيميائي على الأكسجين من 376–392 إلى 20 ملغ/لتر بعد 28 يوماً، بنسبة إزالة بلغت 94.9%، بينما انخفض الطلب البيولوجي على الأكسجين من 480–507 إلى 53 ملغ/لتر، بنسبة إزالة وصلت إلى 89%. كما تراجعت المواد الصلبة العالقة الكلية من 250 ± 25 إلى 14.567 ± 0.5 ملغ/لتر ابتداءً من اليوم السابع، ثم بقيت قريبة من 14–15 ملغ/لتر إلى غاية اليوم الخامس والثلاثين، مما يشير إلى إزالة تقارب 94%. كما انخفضت تراكيز المعادن الثقيلة بعد 35 يوماً بنسب بلغت 80% للرصاص، و80% للكادميوم، و76% للنحاس، و84% للزنك، و83% للحديد، و85% للمنغنيز. تؤكد هذه النتائج فعالية *A. microphylla*كنظام بيولوجي منخفض التكلفة لتحسين جودة المياه قبل إعادة استخدامها المحتملة في الري الزراعي.

في زيت الزيتون شملال، حافظ الري بالمياه العادمة المعالجة على أهم مؤشرات الجودة، بل حسّن عدداً من المؤشرات الوظيفية. فقد أظهر الزيت الناتج عن هذا النمط من الري أعلى محتوى دهني، بلغ 96.50 ± 0.50%، وأعلى محتوى من البوليفينولات الكلية، بلغ 604.76 ± 26.26 ملغ مكافئ حمض الغاليك/كغ، إضافة إلى أعلى نشاط مضاد للأكسدة وفق اختبارDPPH ، بقيمة 53.50 ± 1.51%. كما سجل هذا الزيت أدنى قيمة لمؤشر البيروكسيد، 6.80 ± 1.14 ملي مكافئ O_2/كغ، وقِيَماً منخفضة لمؤشرات الأكسدة فوق البنفسجية، حيث بلغت K232 = 1.611 ± 0.080 و K270 = 0.059 ± 0.008. كما تميز بتركيب ملائم للأحماض الدهنية، مع 62.60 ± 3.13% من حمض الأوليك، و6.80 ± 0.34% من حمض اللينولييك، ونسبة أولييك/لينولييك تقارب 9.21. وتشير هذه النتائج إلى حماية فينولية قوية، وتدهور أكسدي محدود، وجودة غذائية جيدة للمصفوفة الدهنية.

أما عصير البرتقال فقد أظهر استجابة أكثر حساسية. فقد أدى الري بالمياه العادمة المعالجة إلى رفع محتوى البوليفينولات الكلية من 81.20 إلى 275.64 ملغ مكافئ حمض الغاليك/100 مل، أي بزيادة قدرها 3.39 مرات. غير أن هذا الارتفاع لم ينعكس في صورة تحسن في الفعالية المضادة للأكسدة. فمقارنة بعصير البرتقال الناتج عن الري بالمياه العادمة المعالجة، أظهر العصير الناتج عن ماء البئر قيماً أعلى من الفلافونويدات، 7.74 مقابل 4.23 ملغ مكافئ كيرسيتين/مل، ونشاطاً أعلى في اختبارDPPH ، 69% مقابل 59%، ونشاطاً أعلى في اختبارABTS ، 74.5% مقابل 64.2%، إضافة إلى قيم FRAP أعلى، 1.86 مقابل 1.49 مليمول مكافئ ترولوكس/لتر. كما أظهر عصير المياه العادمة المعالجة قيماً أعلى لمؤشر TBARS، 1.75 مقابل 1.22 ملغMDA/ كغ، وارتفاعاً في الفلورا الهوائية المتوسطة الكلية، 35 × 10^2 مقابل 2 × 10^2 وحدة مكونة للمستعمرات/مل، رغم غياب القولونيات الكلية، والقولونيات المقاومة للحرارة، و *Salmonella* في كلا العصيرين.

بشكل عام، تُظهر هذه النتائج أن تأثير المياه العادمة المعالجة على جودة الأغذية يعتمد بدرجة كبيرة على طبيعة المصفوفة الغذائية. فقد حافظت المصفوفة الدهنية لزيت الزيتون شملال على تركيب ملائم للأحماض الدهنية، ومحتوى مرتفع من المركبات الفينولية، واستقرار أكسدي جيد، في حين أظهرت المصفوفة المائية الحمضية لعصير البرتقال حساسية أكبر تجاه

التحولات الأكسدية والميكروبيولوجية، رغم ارتفاع محتواها من البوليفينولات الكلية. لذلك، فإن إعادة الاستخدام الآمن للمياه العادمة المعالجة في الإنتاج الغذائي يجب أن تُقيَّم وفق معايير خاصة بكل مصفوفة غذائية، تشمل إزالة الملوثات، ووظيفة المركبات النشطة حيوياً، والاستقرار الأكسدي، والسلامة الميكروبيولوجية، والسلامة الكيميائية للمنتج الغذائي النهائي.

الكلمات المفتاحية :المياه العادمة المعالجة؛ *Azolla microphylla*؛ المعالجة النباتية؛ زيت الزيتون شملال؛ عصير البرتقال؛ البوليفينولات؛ الأحماض الدهنية؛ النشاط المضاد للأكسدة؛ الاستقرار الأكسدي؛ السلامة الغذائية.

Liste des tableaux

Tableau 1.Caractéristiques microbiologiques des eaux usées traitées destinées à l'irrigation agricole selon la réglementation algérienne (JORADP, 2012)..... 20

Tableau 2.Principaux paramètres physicochimiques à surveiller dans les eaux usées traitées destinées à l'irrigation agricole. 21

Tableau 3.Répartition des systèmes d'épuration sur le territoire de la wilaya (DRE de la wilaya de Mostaganem, 2018). 48

Tableau 4. Dosage des metaux lourds dans l'eau usée traitée de la station de Bouguirat..... 73

Tableau 5.Qualité microbiologique de l'eau de puits et de l'eau usée traitée de Bouguirat ... 74

Tableau 6.Qualité microbiologique des jus d'orange selon le type d'irrigation 91

Tableau 7.Indices physicochimiques des échantillons d'huile d'olive..... 114

Tableau 8. Teneurs en caroténoïdes et chlorophylles des huiles d'olive 118

Tableau 9.Polyphénols totaux et flavonoïdes totaux..... 121

Tableau 10.Extinction spécifique K232 et K270 des huiles d'olive 123

Tableau 11.Taux d'humidité et matière sèche des huiles d'olive 125

Tableau 12.Teneur en matière minérale des huiles d'olive 128

Tableau 13.Matière grasse et composition en acides gras des huiles d'olive..... 132

Tableau 14.Évolution des paramètres physico-chimiques 156

Listes des figures

Figure 1.variation de pH des eaux 67
Figure 2.Variation des concentrations en matières en suspension (MES) dans l'eau usée traitée et l'eau de puits de la région de Bouguirat. 69
Figure 3.Variation de la demande biochimique en oxygène sur cinq jours (DBO_5) dans l'eau usée traitée et l'eau de puits de la station de Bouguirat 70
Figure 4.Variation de la demande chimique en oxygène (DCO) dans l'eau usée traitée et l'eau de puits de la station de Bouguirat. 72
Figure 5.Variation du pH du jus d'orange en fonction du mode d'irrigation 76
Figure 6.Effet du type d'irrigation sur la matière sèche (%) des oranges avec et sans écorce 78
Figure 7.:Teneur en matier grasse (en g) du jus d'orange 80
Figure 8.Teneur en polyphénols totaux du jus d'orange en fonction du type d'irrigation 82
Figure 9.Teneur en flavonoïdes totaux du jus d'orange selon le type d'irrigation 85
Figure 10.Effet du type d'irrigation sur l'activité antioxydante (DPPH, ABTS, FRAP) et la stabilité oxydative (TBARS) du jus d'orange 88
Figure 11.Heatmap de similarité des variations entre les paramètres physicochimiques, biochimiques, antioxydants et microbiologiques des jus d'orange selon le type d'irrigation . 94
Figure 12.Activité antioxydante et oxydation lipidique secondaire des huiles d'olive..... 130
Figure 13.aspect de l'azolla microphylla (photo originale) 143
Figure 14.bassin de traitement par azolla microphylla (photo originale)..... 144
Figure 15. Effet du traitement Azolla microphylla sur l'évolution (DCO) des eaux usé …..151
Figure 16.Cinétique de réduction de la DBO_5 des EUT par Azolla microphylla……...153
Figure 17. Évolution concentrations en métaux lourds dans les EU avant et après 158
Figure 18.Accumulation de biomasse (poids frais et sec) d'Azolla microphylla. 160
Figure 19.Évolution de la teneur en chlorophylles (totale) chez Azolla microphylla 161
Figure 20.Données comparatives sur l'accumulation de métaux lourds dans Azolla microphylla avant et après 35 jours de phytoremédiation des eaux usées traitées..... 162
Figure 21.Facteurs de bioconcentration (BCF) et de translocation (TF) des métaux lourds chez Azolla microphylla après 35 jours de phytoremédiation 164
Figure 22.Variations des teneurs en malondialdéhyde (MDA) et en proline chez Azolla microphylla avant et après 35 jours d'exposition aux eaux usées..... 166
Figure 23.Variations des teneurs en malondialdéhyde (MDA) et en proline chez Azolla microphylla avant et après 35 jours d'exposition aux eaux usées..... 166

Listes des abréviations

AFIDOL : Association Française Interprofessionnelle de l'olive

AFNOR : Association Française de Normalisation

ASR : Anaérobies sulfitoréducteurs

CE : Conductivité électrique

CE : Commission Européenne

CF : Coliformes Fécaux

COI : Conseil oléicole international

CT : Coliformes Totaux

DBO5 : Demande Biochimique En Oxygène Pendant 5jours

DCO : Demande Chimique En Oxygène

DPPH : Diphenyl -2-Picryl-Hydrazyl

DRE : Direction Des Ressources En Eau

EUT: Eau Usée Traité

FAOSTAT: Food and Agriculture Organization of the United Nations

Gélose S-S: Gélose Salmonella-Shigella

IA : Indice d'acide

Ii : Indice d'iode

Ip : Indice de peroxyde

IR : Indice de réfraction

Is : Indice de saponification

ISO : Organisation internationale de standardisation

J.O.R.A : Journal Officiel De La République Algérienne

K232 : coefficient d'extinction à 232

K270 : coefficient d'extinction à 270

MES : Matières en suspension

mg EAG/G : Milligramme équivalent de l'acide gallique par gramme

mg EC/G : Milligramme équivalent de catéchine par gramme

mg EQ/G : Milligramme équivalent de quercétine par gramme

MM : Matière Minérale

MO : Matière Organique

MS : matière sèche

OD : Oxygène dissous

OMS : Organisation Mondiale de la Santé

ONA : Office Nationale D'assainissements

ONFAA : Observatoire national des filières agricole et agroalimentaire

PPSP : Produits pharmaceutiques et les produits de soins personnels

REUE : Réutilisation des eaux usées épurées

SFB : Le bouillon au sélénite de sodium

SS : Gélose Salmonella-Shigella

STEP : Station d'épuration des eaux usées

TAG : Triacylglycérol : acides gras carboxyliques à longue chaine

TBARS : Le Test de l'Acide thiobarbiturique Réactif Substances Réactives

UV : Ultra-Violet

VF : Gélose Viande-Foie

VRBG : Violet Red Bile Glucose

UNESCO : Organisation des Nations unies pour l'éducation, la science et la culture

FAO : Organisation des Nations Unies pour l'alimentation

DRE : Direction Ressources en Eau

DSA : direction des services agricoles

Tableau de matière

Introduction générale 1

1. Définition des eaux usées 8

2. Origine des eaux usées 8

2.1. Eaux usées domestiques 8

2.2. Eaux usées industrielles 9

2.3. Effluents issus des activités agricoles 9

2.4. Eaux de ruissellement pluvial 9

3. Composition des eaux usées : synthèse et caractérisation 10

3.1. Eaux usées domestiques 11

3.2. Eaux usées industrielles 11

3.3. Eaux agricoles 12

3.4. Autres paramètres chimiques et biologiques 12

4. Polluants présents dans les eaux usées 12

4.1. Polluants d'origine physique 12

4.2. Polluants d'origine chimique 12

4.2.1. Éléments traces métalliques 12

4.2.2. Produits pharmaceutiques et produits de soins personnels 13

4.2.3. Pesticides et herbicides 13

4.2.4. Polluants chimiques issus des activités industrielles 13

4.2.5. Produits chimiques domestiques 13

4.2.6. Pathogènes bactériens dans les eaux usées 14

5. Épuration des eaux usées 14

5.1. Les principales étapes du traitement des eaux usées 14

5.1.1. Prétraitements 15

5.1.2. Traitements primaires **15**
5.1.3. Traitements secondaires **15**
5.1.4. Traitements tertiaires **15**
6. Approches alternatives dans le traitement des eaux usées **16**
7. Indice de biodégradabilité des eaux usées **16**
8. Réutilisation durable des eaux usées **16**
8.1. Notion de valorisation des eaux usées traitées **16**
8.2. Perspectives d'une réutilisation durable **17**
9. Réutilisation sur site des eaux traitées **17**
9.1. Valorisation directe des eaux usées traitées **17**
9.2. Valorisation non directe des eaux résiduaires traitées **17**
10. Voies de réutilisation des eaux usées traitées **18**
10.1. Réutilisation industrielle des eaux usées épurées **18**
10.2. Réutilisation des eaux traitées à des fins non alimentaires **18**
10.3. Réutilisation des eaux usées traitées à des fins alimentaires et potables **18**
10.4. Utilisation agricole des eaux résiduaires traitées **18**
11. Normes et législation en Algérie sur la réutilisation des eaux épurées pour l'irrigation **19**
12. Critères microbiologiques d'évaluation sanitaire **19**
13. Paramètres physicochimiques **20**
15. Stratégies de valorisation des effluents traités pour l'irrigation agricole en Algérie **22**
16. Effets positifs de l'irrigation par eaux usées traitées sur la végétation **23**
16.1. Amélioration de la qualité nutritionnelle des fruits **24**
16.2. Influence sur les métabolites secondaires **24**
16.3. Effets sur la santé des plantes et maîtrise des composés toxiques **25**
16.4. Réduction du recours aux intrants chimiques **25**
16.5. Valorisation des résidus organiques et amélioration de la fertilité du sol **25**
16.6. Production fourragère améliorée **26**
16.7. Réduction de la pression sur les ressources en eau douce **26**
16.8. Effets sur la qualité nutritionnelle des fourrages **26**
16.9. Utilisation dans des systèmes intégrés, y compris l'aquaculture **26**
16.10. Risques sanitaires et gestion des contaminants **27**
1. Introduction **28**
2. Azolla **29**

3. Taxonomie 30
3.1. Classification taxonomique actualisée 30
4. Azolla microphylla 31
5. Composition chimique et valeur nutritive 31
6. Caractéristiques biologiques et mécanismes spécifiques 33
7. Azolla dans le traitement des eaux usées 34
8. Mécanismes de la phytoremédiation 36
8.1. Phytoextraction 36
8.2. Phytodégradation 36
8.3. Phytostabilisation 37
8.4. Phytovolatilisation 37
8.5. Rhizofiltration 38
9. Applications de la phytoremédiation 38
9.1. Dépollution des sols contaminés par les métaux lourds 38
9.2. Traitement des eaux usées et des eaux souterraines 39
9.3. Réhabilitation des sites industriels et miniers 39
10. Avancées récentes en phytoremédiation 40
10.1. Génie génétique et amélioration des plantes 40
10.2. Utilisation des microorganismes associés aux plantes 41
10.3. Phytoremédiation des polluants émergents 42
11. Limites et défis de la phytoremédiation 42
12. Perspectives futures 43
1. Introduction 45
2. Objectif 46
3. Zone d'étude 47
4. Analyses physico-chimiques des eaux de la région de Bouguirat 50
4.1. Détermination du pH 50
4.2. Détermination de la demande biologique en oxygène (DBO_5) 50
4.3. Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO) 50
6. Métaux lourds 53
7.Analyses statistiques 53
8. Matériel végétal et échantillonnage 54
8.1. Matériel végétal et conduite culturale 54
8.2. Modalités d'irrigation 54

9. Échantillonnage 55
9.1. Sélection des arbres 55
9.2. Répartition des prélèvements sur chaque arbre 55
9.3. Taille de l'échantillon et répétitions 56
10. Standardisation temporelle de l'échantillonnage 56
11. Traitement post-récolte 57
12. Préparation du jus 58
13. Méthodes d'analyse 59
13 .1. Détermination du pH 59
13.2. Détermination de la matière sèche 59
13.3. Détermination des matières minérales 59
13.4. Dosage de la vitamine C 60
13.5. Dosage des sucres totaux 60
13.6. Dosage des protéines totales 60
13.7. Dosage des polyphénols totaux 60
13.8. Dosage des flavonoïdes totaux 61
13 .9. Dosage des lipides totaux 61
13.10. Détermination de l'activité antioxydante par la méthode DPPH 62
13.11. Détermination de l'indice TBARS 62
14. Analyses microbiologiques du jus d'orange 63
14.1. Préparation des dilutions décimales 63
14.2. Recherche et dénombrement des germes aérobies mésophiles totaux 63
14.3. Recherche et dénombrement des coliformes totaux et thermotolérants 64
14.4. Recherche et dénombrement des levures et moisissures 64
14.5. Recherche et identification de *Salmonella* spp 65
1. Analyses physico-chimiques de l'eau de la région de Bouguirat 66
1. pH 66
2. Matières en suspension (MES) 67
3. Demande biochimique en oxygène (DBO_5) 69
4. Demande chimique en oxygène (DCO) 71
5.Teneurs en métaux lourds 72
6. Analyses microbiologiques 73
Analyse de jus d'orange 75
1. Mesure du pH du jus 75

2. Détermination de la matière sèche 77
3. Détermination de la matière grasse 78
4.Teneur en polyphénols totaux 80
5.Teneur en flavonoïdes totaux 83
6.Activité antioxydante et stabilité oxydative 85
7. Analyses microbiologiques des jus d'orange 88
8. Corrélation des paramètres 91
9.Conclusion 94
1. Introduction 98
3. Matériel végétal, zone d'étude et échantillonnage 100
4. Conduite culturale et techniques culturales 101
5. Méthodes d'irrigation 102
6. Extraction, conditionnement et analyses physicochimiques de l'huile d'olive 103
6.1. Échantillonnage, extraction et conservation des huiles 103
6.2. Détermination de l'acidité libre 104
6.3. Détermination de l'indice de peroxyde 105
6.4. Détermination des coefficients K232, K270 et ΔK 105
6.5. Dosage des composés phénoliques totaux 106
6.6. Évaluation de l'activité antioxydante par DPPH 106
6.7. Détermination du profil en acides gras par GC-FID 106
6.8. Indice d'iode et indice de saponification 107
7. Indice de siccativité 107
7.1. Indice de réfraction 108
7.2. Dosage des caroténoïdes totaux 109
7.3. Dosage des chlorophylles totales 109
7.4. Dosage des flavonoïdes totaux 110
7.5. Teneur en eau et matières volatiles 110
7.6. Matières minérales / cendres 111
7.7. Substances réactives à l'acide thiobarbiturique 111
Composition de l'huile d'olive en acides gras par GC-MS 112
8.Analyse statistique 113
III.Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile d'olive 114
1. Les indices 114
2. Teneurs en pigments lipophiles : caroténoïdes et chlorophylles 118

3. Polyphénols totaux et flavonoïdes des huiles d'olive 120
4. Extinction spécifique UV : marqueurs d'oxydation primaire et secondaire 123
5.Teneur en eau, matières volatiles et résidu sec apparent des huiles d'olive 125
6. Teneur en matière minérale des huiles d'olive 127
7. Activité antioxydante et oxydation secondaire des huiles d'olive : DPPH et TBARS 129
8. Matière grasse totale et profil lipidique des huiles d'olive 132
Conclusion 137
1. Introduction 139
2. Zone et durée de l'expérimentation 141
3. Matériel végétal 142
4. Dispositif expérimental 143
5. Analyses physico-chimiques et évaluation des contaminants de la qualité de l'eau ... 145
5.1. Demande chimique en oxygène (DCO) 145
5.2. Demande biologique en oxygène sur cinq jours (DBO_5) 146
5.3. Matières en suspension totales (MEST) 146
5.4. pH et conductivité électrique (CE) 146
5.5. Turbidité 147
5.6. Détermination des nitrites (NO_2^-) 147
5.7. Détermination des nitrates (NO_3^-) 148
5.8. Détermination des ortho phosphates (PO_4^{3-}) 148
5.9. Expression des résultats et suivi de l'efficacité épuratrice 148
5.10. Analyse des métaux lourds dans l'eau 149
III. Résultats et discussion 150
1. Détermination de la Demande Chimique en Oxygène (DCO) 150
2.Détermination de la Demande Biologique en Oxygène (DBO_5) 152
3. Évolution des paramètres physico-chimiques 153
4.Métaux Lourds 156
5. Accumulation de biomasse et productivité d'*Azolla microphylla* 159
6. Dynamique de la Chlorophylle Durant la Phytoremédiation 160
7. Accumulation et efficacité d'élimination des métaux lourds 161
8.Absorption et Mobilité des Métaux Lourds dans *Azolla microphylla* 163
9. Évaluation du malondialdéhyde (MDA) et de l'accumulation de proline chez *Azolla microphylla* 164
Conclusion 166

Discussion générale 167
Conclusion générale 180
Références bibliographiques 184

Introduction générale

Introduction générale

La disponibilité en eau douce constitue aujourd'hui l'un des déterminants majeurs de la durabilité agricole, de la sécurité alimentaire et de la qualité des productions végétales. À l'échelle mondiale, l'agriculture demeure le principal secteur consommateur d'eau, représentant environ 69 à 72 % des prélèvements d'eau douce selon les méthodes d'estimation utilisées (Fao-aquastat, 2025 ; FAO, 2025). Cette pression s'intensifie sous l'effet combiné de la croissance démographique, de l'urbanisation, de l'intensification agricole, de la surexploitation des nappes souterraines et de l'augmentation de la fréquence des sécheresses associées au changement climatique (Unesco/un-Water, 2024; Christou *et al*., 2024). Ainsi, la question de l'eau ne concerne plus seulement la disponibilité quantitative de la ressource, mais également sa capacité à soutenir une production alimentaire stable, nutritionnellement intéressante, chimiquement maîtrisée et sanitairement sûre.

Dans le bassin méditerranéen, cette contrainte hydrique prend une dimension particulièrement critique en raison de l'irrégularité des précipitations, de l'évapotranspiration élevée, de l'élévation des températures et de la dépendance croissante des cultures à l'irrigation. Les cultures arboricoles, notamment l'olivier (*Olea europaea* L.) et l'oranger (*Citrus sinensis* L.), sont directement concernées, car leurs phases sensibles dépendent fortement du statut hydrique et minéral de la plante (Derdah *et al*., 2024 ; Dhuique-Mayer & Servent, 2025 ; Kaniewski *et al*., 2025). En Algérie, le stress hydrique structurel, la forte demande agricole et la valorisation encore limitée des ressources hydriques non conventionnelles rendent nécessaire l'évaluation scientifique de solutions alternatives adaptées aux zones semi-arides (Bakhtache & Hadiene, 2023 ; Dairi *et al*., 2021 ; Rezzoug *et al*., 2025).

Dans cette perspective, la réutilisation des eaux usées traitées (EUT) constitue une stratégie majeure d'adaptation à la rareté hydrique**.** (Christou *et al*.,2024) présentent cette pratique comme une option importante pour soutenir l'irrigation agricole, mais soulignent que ses bénéfices dépendent du niveau de traitement, du type de culture, du sol, du mode d'irrigation et de la gestion des risques. Les EUT s'inscrivent également dans une logique d'économie circulaire, car elles permettent de transformer un effluent résiduel en ressource hydrique et nutritive mobilisable pour l'agriculture (Pedrero *et al*., 2023 ; Obijianya *et al*., 2025). Toutefois, leur usage ne peut être considéré comme durable que si la qualité de l'eau, les contraintes environnementales et les exigences de sécurité du produit final sont évaluées conjointement (Trotta *et al*., 2024 ; Yakamercan *et al*., 2025).

Les EUT présentés donc une double dimension : elles sont à la fois une ressource agronomique potentielle et une source possible de contraintes environnementales et sanitaires. D'un côté, elles peuvent améliorer la disponibilité hydrique, soutenir la croissance végétale et contribuer à la nutrition minérale des cultures grâce à l'apport résiduel d'azote, de phosphore et de potassium (Mininni *et al*., 2024 ; Hayat *et al*., 2025 ; Al-Karablieh *et al*., 2025). De l'autre, elles peuvent contenir des sels dissous, des métaux lourds, des contaminants organiques émergents, des résidus pharmaceutiques, des microplastiques, des agents pathogènes, des bactéries résistantes aux antibiotiques et des gènes de résistance antimicrobienne (Malinauskaite *et al*., 2024 ; Obijianya *et al*., 2025 ; Gomes *et al*., 2026). Ces éléments peuvent modifier les propriétés physicochimiques du sol, perturber les communautés microbiennes, influencer la biodisponibilité des nutriments et poser des questions importantes pour la sécurité des denrées issues de cultures irriguées par EUT.

Cette complexité impose une lecture intégrée des EUT dans une perspective de chimie alimentaire. L'eau d'irrigation ne doit pas être considérée uniquement comme un intrant agronomique, mais comme un facteur susceptible d'influencer la composition chimique, la stabilité oxydative, le profil bioactif et la qualité sanitaire des produits alimentaires (Christou *et al*., 2024 ; Trotta *et al*., 2024). Dans les cultures fruitières et oléicoles, la salinité, la charge minérale, les composés organiques résiduels et les contaminants traces peuvent agir sur l'absorption racinaire, la photosynthèse, le métabolisme primaire, le métabolisme secondaire et les réponses oxydatives de la plante (Saleh *et al*., 2025 ; Hasan *et al*., 2025). Ainsi, les paramètres de l'eau doivent être reliés aux paramètres de qualité des aliments, notamment les acides gras, les polyphénols, les flavonoïdes, la vitamine C, les pigments, l'activité antioxydante, la stabilité oxydative et les indicateurs microbiologiques.

Dans les environnements semi-arides, l'évaluation des EUT nécessite une vigilance particulière. L'évaporation élevée et la faible pluviométrie peuvent favoriser l'accumulation progressive de sels, de sodium, de chlorures, de bore et d'éléments traces dans le sol (Al-Karablieh *et al*., 2024 ; Santamaría Ortega *et al*., 2025 ; Perulli *et al*., 2026). Ces modifications peuvent affecter la conductance stomatique, l'activité photosynthétique, l'équilibre hydrique, la nutrition minérale et la biosynthèse des composés secondaires (Salar *et al.*, 2024 ; Dhuique-Mayer & Servent, 2025). Chez l'olivier et l'oranger, ces effets peuvent ensuite se répercuter sur la composition lipidique, la teneur en composés phénoliques, les pigments, les flavonoïdes, les sucres, les acides organiques, la vitamine C et les marqueurs de stabilité du produit final (Issaad *et al*., 2024 ; Derdah *et al*., 2024 ; Xu *et al*., 2025).

Avant leur réutilisation agricole, l'amélioration complémentaire de la qualité des eaux usées constitue une étape stratégique. La phytoremédiation est une technologie fondée sur l'utilisation des plantes et de leurs microorganismes associés pour absorber, adsorber, stabiliser, transformer ou accumuler des contaminants présents dans l'eau, les sols ou les sédiments **(**Kumar *et al*., 2024 ; Acharya *et al*., 2025). Contrairement aux procédés physicochimiques intensifs, souvent coûteux et énergivores, les systèmes à macrophytes aquatiques offrent une alternative extensive, écologique et adaptée aux contextes où les infrastructures de traitement avancé restent limitées (Tamma *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026). Cette approche permet d'inscrire le traitement des eaux dans une logique de solutions basées sur la nature, tout en renforçant la compatibilité entre gestion de l'eau et sécurité agroalimentaire.

Parmi les macrophytes aquatiques, le genre *Azolla* suscite un intérêt croissant en raison de sa croissance rapide, de sa forte capacité de couverture de la surface de l'eau, de sa biomasse facilement récoltable et de son association symbiotique avec des cyanobactéries fixatrices d'azote. *Azolla microphylla* est particulièrement intéressante pour les systèmes aquatiques enrichis en nutriments, car elle peut contribuer à la réduction de la charge organique, des nutriments, des matières en suspension et de certains métaux lourds (Zeid *et al*., 2024 ; Muttaleb *et al*., 2024 ; Nyein *et al*., 2024). L'intérêt de cette espèce dans notre thèse repose donc sur sa capacité potentielle à relier traitement biologique des eaux usées, réduction de la charge polluante et préparation d'une réutilisation agricole plus sûre.

Les mécanismes impliqués dans la phytoremédiation par *Azolla microphylla* reposent sur plusieurs processus complémentaires. La rhizofiltration permet l'interaction directe entre les racines flottantes et les ions dissous, tandis que la biosorption favorise la fixation des métaux sur les groupements fonctionnels des parois cellulaires, notamment les groupements carboxyles, hydroxyles, phosphates et amines (Park *et al*., 2025 ; Soliman *et al*., 2025). L'absorption intracellulaire et la compartimentation vacuolaire peuvent ensuite limiter la toxicité cytoplasmique des métaux, alors que la couverture flottante favorise la sédimentation des particules et les interactions plante-microorganismes (Nyein *et al*., 2024 ; Hossain *et al*., 2025). Ces mécanismes justifient l'intérêt d'*Azolla* comme bio filtre naturel dans les systèmes extensifs de traitement des eaux usées.

Toutefois, l'utilisation d'*Azolla* dans un système de phytoremédiation doit être envisagée avec prudence, notamment lorsque la biomasse végétale accumule des éléments traces métalliques. Bien que cette biomasse soit souvent décrite comme riche en protéines, minéraux et composés bioactifs, sa valorisation après exposition à des eaux contaminées

nécessite une caractérisation rigoureuse de sa charge en métal et en contaminants (Yang *et al*., 2025 ; Yuan *et al*., 2025 ; Rakhmonov *et al*., 2025). Cette précaution est essentielle, car une technologie de dépollution ne doit pas déplacer la contamination de l'eau vers une biomasse ensuite réintroduite dans le sol, l'alimentation animale ou les chaînes trophiques. Ainsi, la gestion post-traitement de la biomasse constitue une composante importante de toute stratégie de phytoremédiation durable.

Le deuxième axe de notre thèse concerne l'impact potentiel des EUT sur la qualité de l'huile d'olive issue de la variété Chemlal. L'huile d'olive est une matrice lipidique complexe dont la qualité dépend de l'acidité libre, de l'indice de peroxyde, des coefficients UV, du profil en acides gras, des composés phénoliques, des tocophérols, des pigments, des composés volatils et de la stabilité oxydative (Issaad *et al*., 2024 ; Derdah *et al*., 2024 ; Bendi Djelloul *et al*., 2024). Pour la variété Chemlal, largement cultivée en Algérie, ces paramètres représentent des indicateurs majeurs de la qualité nutritionnelle, fonctionnelle et commerciale de l'huile. L'étude de cette matrice permet donc d'évaluer comment une ressource hydrique non conventionnelle peut influencer une denrée lipidique méditerranéenne à forte valeur nutritionnelle.

L'irrigation peut influencer la qualité de l'huile d'olive par plusieurs voies physiologiques et biochimiques. Une disponibilité hydrique suffisante peut soutenir le grossissement des fruits et l'accumulation lipidique, tandis qu'un stress hydrique modéré peut stimuler certains métabolites secondaires impliqués dans la protection antioxydante (Sciurba *et al*., 2025 ; Tsitsipas *et al., 2025*). Les EUT ajoutés une dimension supplémentaire, car elles associent apport hydrique, charge minérale, salinité potentielle, matière organique résiduelle et contaminants éventuels (Al-Karablieh *et al*., 2025 ; Benguennouna *et al., 2025*). Cette combinaison peut influencer la physiologie de l'olivier, la composition du fruit, le métabolisme lipidique, la fraction phénolique et la stabilité oxydative de l'huile.

Dans notre approche, la comparaison de plusieurs sources d'eau d'irrigation permet de mieux comprendre le lien entre qualité de l'eau et qualité de l'huile. L'eau de puits représente une ressource souterraine conventionnelle, l'eau de source une ressource naturelle alternative, et les EUT une ressource non conventionnelle inscrite dans une logique de valorisation durable de l'eau. Cette comparaison vise à évaluer l'effet de la qualité de l'eau sur les propriétés physicochimiques, la composition en acides gras, les composés bioactifs, l'activité antioxydante et la stabilité oxydative de l'huile d'olive Chemlal. Une telle démarche est nécessaire, car la réponse de l'olivier aux EUT peut dépendre du cultivar, de la salinité, de la

charge minérale, des conditions pédoclimatiques, du stade de maturité des olives et du procédé d'extraction (Derdah *et al*., 2024 ; Zahran *et al*., 2025 ; Sciurba *et al*., 2025).

L'interprétation de la qualité de l'huile d'olive doit cependant rester multidimensionnelle. Une teneur élevée en matière grasse ou en acide oléique ne suffit pas à définir une huile de meilleure qualité si les marqueurs d'oxydation, les pertes en composés protecteurs ou la stabilité oxydative ne sont pas considérés (Costa *et al*., 2025 ; Tsitsipas *et al*., 2025). De même, une augmentation des composés phénoliques doit être reliée à l'indice de peroxyde, aux coefficients K232/K270, au rapport oléique/linoléique, aux tocophérols, aux pigments et à l'activité antioxydante globale (Derdah *et al*., 2024 ; Zahran *et al*., 2025). Cette lecture globale est nécessaire pour éviter une interprétation simplifiée de l'effet des EUT sur la qualité de l'huile.

Le troisième axe de notre thèse concerne le jus d'orange, une matrice hydrophile acide dont la valeur nutritionnelle repose sur l'équilibre entre sucres solubles, acides organiques, vitamine C, flavanones, composés phénoliques, caroténoïdes et minéraux. Dhuique-Mayer *et* Servent (2025) rappellent que les jus d'agrumes constituent des sources importantes de vitamine C et de flavonoïdes, tandis que Salar et al. (2024), Karki et al. (2024) et Saini et al. (2022) soulignent la variabilité de leur composition selon l'espèce, le génotype, le stade de maturité, les conditions pédoclimatiques et les pratiques culturales. Dans notre thèse, l'irrigation par EUT est envisagée comme un facteur amont susceptible d'influencer la qualité physicochimique, nutritionnelle, bioactive et sanitaire du fruit et du jus.

Dans le cas des agrumes, la problématique ne se limite pas au maintien de la productivité. Elle concerne directement la qualité chimique et nutritionnelle du fruit, mais aussi l'innocuité du jus, notamment parce que cette matrice est aqueuse, riche en nutriments solubles et sensible aux contaminations microbiologiques. Les eaux réutilisées peuvent contenir, à des niveaux variables, des contaminants émergents, des métaux traces, des bactéries résistantes aux antibiotiques ou des gènes de résistance, dont le devenir dépend du niveau de traitement, du type de culture, du mode d'irrigation et des propriétés physicochimiques des contaminants (Yakamercan *et al*., 2025 ; Gomes *et al*., 2026). Pour cette raison, l'étude du jus d'orange doit associer les paramètres physicochimiques, les composés bioactifs, les marqueurs de stabilité et les indicateurs de sécurité.

L'activité antioxydante des jus d'agrumes doit également être interprétée avec prudence. Martins et al. (2023) et Navajas-Porras et al. (2025) indiquent que la capacité antioxydante ne

dépend pas uniquement de la teneur totale en polyphénols, mais aussi de leur structure chimique, de leur extractibilité, de leur degré d'oxydation et de leurs interactions avec l'acide ascorbique, les caroténoïdes, les sucres, les acides organiques et les ions métalliques. Les tests DPPH, ABTS et FRAP renseignent sur des mécanismes antioxydants différents, tandis que les TBARS sont liés aux produits secondaires d'oxydation. Ainsi, une interprétation fiable de la qualité du jus doit intégrer plusieurs marqueurs complémentaires plutôt qu'un seul indicateur biochimique.

L'originalité scientifique de notre thèse réside dans la mise en relation de trois dimensions souvent étudiées séparément : le traitement biologique des eaux usées par *Azolla microphylla*, l'effet des EUT sur une matrice lipidique représentée par l'huile d'olive Chemlal, et l'effet des EUT sur une matrice fruitière hydrophile représentée par le jus d'orange. Cette articulation permet de dépasser une vision strictement hydraulique de la réutilisation des EUT pour l'inscrire dans un cadre agroalimentaire complet. Le véritable enjeu n'est donc pas seulement de réutiliser les EUT, mais de déterminer si cette réutilisation peut contribuer à produire des aliments chimiquement stables, nutritionnellement intéressants, fonctionnellement actifs et sanitairement sûrs.

La lacune scientifique principale réside dans le fait que les études disponibles abordent souvent séparément la réutilisation des EUT, la phytoremédiation par macrophytes, la qualité de l'huile d'olive ou la qualité des jus d'agrumes. Peu de travaux relient simultanément la qualité de l'eau, son amélioration biologique, la réponse des cultures arboricoles et la qualité chimique de deux matrices alimentaires contrastées. Cette lacune est particulièrement importante en conditions méditerranéennes semi-arides, où les effets des EUT peuvent être modulés par la salinité, l'évaporation, les propriétés du sol, le cultivar, le type de fruit et la nature du produit final (Christou *et al*., 2024 ; Trotta *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025). Notre thèse répond à cette lacune en considérant le continuum eau-traitement-sol-plante-aliment comme un système intégré.

La problématique centrale de notre thèse peut donc être formulée ainsi : les eaux usées traitées peuvent-elles être valorisées comme ressource agricole en zones semi-arides sans compromettre la qualité chimique, nutritionnelle, fonctionnelle et sanitaire des aliments produits ? Cette question repose sur trois hypothèses complémentaires. Premièrement, *Azolla microphylla* peut constituer un outil naturel pertinent pour améliorer la qualité des eaux usées domestiques avant leur réutilisation. Deuxièmement, les EUT pu modifier la composition biochimique des cultures arboricoles selon la nature de la matrice alimentaire. Troisièmement,

l'amélioration d'un indicateur isolé, tel qu'un composé bioactif, ne garantit pas nécessairement une amélioration globale si les marqueurs de stabilité, d'oxydation ou de sécurité évoluent défavorablement.

Ainsi, notre étude vise à évaluer de manière intégrée le potentiel de réutilisation des EUT dans les systèmes agroalimentaires semi-arides de la région de Mostaganem. Elle cherche à analyser l'intérêt de *Azolla microphylla* comme outil de phytoremédiation des eaux usées domestiques, à étudier l'effet comparatif de différentes sources d'eau sur la qualité physicochimique, lipidique, phénolique et antioxydante de l'huile d'olive Chemlal, et à évaluer l'impact de l'irrigation par EUT sur la qualité physicochimique, bioactive, oxydative et microbiologique du jus d'orange. Cette organisation correspond aux trois axes expérimentaux de notre thèse et permet de construire une lecture complète du continuum eau-traitement-sol-plante-aliment.

En définitive, notre thèse propose une contribution originale à la durabilité agroalimentaire en contexte semi-aride. Elle considère la réutilisation des eaux usées traitées non seulement comme une solution de substitution hydrique, mais comme un facteur complexe dont les effets doivent être évalués depuis la qualité de l'eau jusqu'à la qualité finale des aliments. En associant phytoremédiation, oléiculture, agrumiculture et chimie alimentaire, ce travail vise à fournir une base scientifique pour une valorisation plus sûre, plus contrôlée et plus durable des EUT, tout en répondant à un enjeu majeur pour l'Algérie et le bassin méditerranéen : produire des aliments de qualité dans un contexte de rareté hydrique croissante.

Cette introduction ouvre ainsi sur trois chapitres complémentaires. Le premier chapitre est consacré au potentiel de *Azolla microphylla* comme outil de phytoremédiation des eaux usées domestiques. Le deuxième chapitre analyse l'effet de différentes sources d'eau d'irrigation sur la qualité physicochimique, lipidique, phénolique et antioxydante de l'huile d'olive Chemlal. Le troisième chapitre évalue l'impact de l'irrigation par EUT sur la qualité physicochimique, bioactive, oxydative et microbiologique du jus d'orange. Ensemble, ces trois chapitres permettent d'examiner la réutilisation des EUT non comme une simple pratique d'irrigation, mais comme une stratégie agroalimentaire intégrée reliant eau, traitement biologique, culture et qualité des aliments.

Chapitre I — Eaux usées traitées et réutilisation agricole : caractérisation, procédés d’épuration, cadre réglementaire et enjeux de valorisation durable en Algérie

1. Définition des eaux usées

La pollution de l'eau correspond à toute altération défavorable de ses propriétés physicochimiques, biologiques ou microbiologiques, susceptible d'en compromettre les usages domestiques, agricoles, industriels ou écologiques. Dans ce cadre, les eaux usées désignent l'ensemble des eaux dont la qualité a été modifiée à la suite des activités humaines. Elles proviennent de plusieurs sources, notamment des usages domestiques, des procédés industriels, des activités agricoles et du ruissellement urbain. Leur composition est généralement complexe et variable, pouvant inclure de la matière organique, des nutriments, des matières en suspension, des microorganismes pathogènes, des métaux et divers micropolluants organiques. À l'échelle mondiale, l'insuffisance de collecte, de traitement et de réutilisation sécurisée des eaux usées demeure un facteur majeur de dégradation des ressources hydriques et des écosystèmes aquatiques (UNESCO, 2024).

2. Origine des eaux usées

Quelle que soit leur provenance, les eaux usées contiennent une diversité de substances indésirables dont la nature, la charge et le comportement dans l'environnement déterminent leur impact sur les milieux récepteurs et sur la santé humaine. Pour cette raison, la conception d'un système de traitement rationnel nécessite une caractérisation préalable complète de l'effluent, à la fois sur le plan quantitatif et qualitatif. En pratique, les eaux usées sont généralement classées en quatre grandes catégories : domestiques, industrielles, agricoles et pluviales. Cette classification reste fondamentale, car chacune de ces catégories présente des profils de pollution, des mécanismes de transfert et des contraintes de traitement distincts (Kato & Kansha, 2024 ; Al-Rajhi *et al*., 2025**)**.

2.1. Eaux usées domestiques

Les eaux usées domestiques résultent des usages quotidiens de l'eau dans les ménages, notamment pour l'hygiène corporelle, la préparation alimentaire, la lessive, la vaisselle, le nettoyage et les sanitaires. Elles sont généralement subdivisées en deux fractions principales : les eaux-vannes, provenant des toilettes, et les eaux grises, issues des autres activités ménagères. Cette distinction est importante d'un point de vue technique, car les eaux grises présentent souvent une charge organique et microbiologique plus faible que les eaux-vannes, ce qui peut en faire une cible privilégiée pour des approches de traitement décentralisé ou de réutilisation encadrée. Les travaux récents montrent toutefois que les eaux domestiques peuvent contenir, en plus des composés organiques biodégradables, des nutriments, des détergents, des

résidus pharmaceutiques et d'autres contaminants émergents, ce qui impose une gestion rigoureuse avant tout rejet ou réemploi (Vinnerås, 2025 ; Hamidi, 2025).

2.2. Eaux usées industrielles

Les eaux usées industrielles correspondent aux effluents aqueux générés par les activités de fabrication, de transformation, de refroidissement, de nettoyage, de dilution ou de transport au sein des unités industrielles. Leur composition diffère fortement de celle des eaux usées domestiques en raison de la diversité des procédés, des matières premières et des produits utilisés. Elles peuvent renfermer des matières en suspension, une charge organique élevée, des composés azotés et phosphorés, mais aussi des solvants, des hydrocarbures, des colorants, des métaux lourds et d'autres substances toxiques ou réfractaires. La littérature récente souligne que cette forte hétérogénéité rend impossible l'application d'un schéma universel de traitement, et qu'un prétraitement à la source est souvent indispensable afin de limiter les risques pour les réseaux d'assainissement et pour les stations d'épuration collectives **(**Kato & Kansha, 2024 ; Al-Rajhi *et al*., 2025).

2.3. Effluents issus des activités agricoles

Les effluents agricoles représentent aujourd'hui l'une des principales formes de pollution diffuse des eaux. Ils résultent essentiellement du ruissellement et du lessivage des sols agricoles, qui transportent vers les eaux superficielles et souterraines des excès d'engrais minéraux, des composés azotés et phosphorés, des résidus de pesticides, de la matière organique ainsi que divers contaminants associés aux activités d'élevage. Lorsque les apports d'intrants dépassent les capacités d'absorption des sols et des cultures, les pertes vers l'environnement augmentent, favorisant l'eutrophisation, la dégradation de la qualité de l'eau et l'altération des écosystèmes aquatiques. Des travaux récents insistent également sur l'intérêt des approches intégrées, incluant l'agriculture de précision, l'optimisation de la fertilisation, l'amélioration de l'irrigation et les dispositifs tampons végétalisés, pour réduire la pollution diffuse d'origine agricole (Hussain *et al*., 2025 ; Wang *et al*., 2025).

2.4. Eaux de ruissellement pluvial

Les eaux de ruissellement pluvial sont générées lorsque les précipitations lessivent les surfaces imperméabilisées des zones urbaines, telles que les routes, les parkings, les trottoirs, les toitures et les zones d'activité. Lors de leur écoulement, elles entraînent une grande diversité de polluants accumulés sur ces surfaces, notamment des particules fines, des hydrocarbures,

des métaux, des résidus de combustion, des plastifiants, des pesticides et d'autres contaminants organiques traces. Les études récentes montrent que le ruissellement urbain constitue une voie importante de transfert des micropolluants vers les milieux aquatiques, parfois avec une contribution significative, voire supérieure à celle de certains rejets traités dans des contextes particuliers. Cette réalité confirme que les eaux pluviales urbaines ne peuvent plus être considérées comme faiblement contaminées et qu'elles doivent être intégrées dans les stratégies modernes de gestion de la qualité de l'eau (Yang *et al*., 2025 ; Zheng *et al*., 2025 ; Celma *et al*., 2025).

3. Composition des eaux usées : synthèse et caractérisation

Les eaux usées sont constituées majoritairement d'eau, généralement à plus de 99 %, tandis que la fraction résiduelle correspond à une matrice complexe de constituants physiques, chimiques et biologiques. Leur caractérisation repose sur plusieurs indicateurs complémentaires, notamment les matières en suspension, les matières dissoutes, la charge organique, les nutriments, les contaminants traces et les paramètres microbiologiques. Les revues récentes soulignent que cette caractérisation est indispensable non seulement pour décrire la qualité de l'effluent, mais aussi pour orienter le choix des procédés de traitement, évaluer les risques environnementaux et juger de la possibilité d'une réutilisation sécurisée (Moretti *et al*., 2024 ; Kato & Kansha, 2024).

Sur le plan physique, les eaux usées contiennent des solides sous forme dissoute, colloïdale, sédimentable et en suspension. Les matières en suspension totales influencent fortement la turbidité, l'encrassement des ouvrages, le transfert d'oxygène et le rendement des traitements primaires et biologiques, tandis que les matières dissoutes totales renseignent sur la minéralisation globale de l'effluent et peuvent limiter certaines options de réutilisation, notamment agricole lorsque la salinité devient élevée (Moretti *et al*., 2024).

Sur le plan chimique, la pollution des eaux usées est dominée par la matière organique, généralement suivie au moyen de la demande biochimique en oxygène sur cinq jours (DBO_5) et de la demande chimique en oxygène (DCO). Ces paramètres sont complétés par la mesure des nutriments, en particulier l'azote total, l'ammonium, les nitrates et le phosphore total, dont les excès peuvent favoriser l'eutrophisation des milieux récepteurs. Selon l'origine des effluents, des ions majeurs, des hydrocarbures, des solvants, des métaux traces ainsi que divers micropolluants émergents peuvent également être présents (Moretti *et al*., 2024 ; Kato & Kansha, 2024).

Sur le plan biologique, les eaux usées véhiculent une biomasse microbienne abondante, comprenant des bactéries, des virus, des protozoaires et parfois des helminthes, en fonction du contexte sanitaire et des apports considérés. Les travaux récents mettent aussi en évidence l'intérêt croissant de la surveillance des bactéries antibiorésistantes et des gènes de résistance dans les eaux usées, dans une perspective One Health reliant santé humaine, santé animale et environnement (Punch *et al*., 2025).

Dans l'ensemble, la composition des eaux usées varie fortement selon l'origine des effluents, les usages de l'eau, la saison, les épisodes pluvieux et les apports parasites. Cette hétérogénéité explique la nécessité d'une caractérisation physicochimique et microbiologique préalable avant tout traitement, rejet ou projet de réutilisation (Moretti *et al*., 2024 ; Kato & Kansha, 2024).

3.1. Eaux usées domestiques

Les eaux usées domestiques résultent des usages quotidiens de l'eau dans les ménages et comprennent les eaux grises issues de la cuisine, de la lessive et de la salle de bains, ainsi que les eaux-vannes provenant des toilettes. Elles contiennent principalement de la matière organique biodégradable, des matières en suspension, des nutriments, des graisses, des détergents et une charge microbiologique significative. Les approches récentes de gestion des eaux usées domestiques montrent que, au-delà des paramètres conventionnels comme la DBO_5, la DCO et les solides, il faut désormais tenir compte des résidus pharmaceutiques, des tensioactifs et d'autres contaminants émergents, en particulier dans une logique de réutilisation (Vinnerås *et al*., 2025 ; Gewurtz *et al*., 2025).

3.2. Eaux usées industrielles

La composition des eaux usées industrielles est très hétérogène et dépend étroitement du secteur d'activité, du procédé de fabrication, des matières premières utilisées et des opérations de nettoyage ou de refroidissement. Ces effluents peuvent contenir des matières organiques réfractaires, des nutriments, des hydrocarbures, des solvants, des colorants, des phénols, des cyanures, des métaux lourds et d'autres substances toxiques. En raison de cette diversité, ils nécessitent souvent un prétraitement spécifique avant leur rejet dans le réseau collectif ou dans le milieu naturel (Kato & Kansha, 2024).

3.3. Eaux agricoles

Les eaux issues des activités agricoles sont généralement caractérisées par des charges importantes en nutriments, notamment en azote et en phosphore, ainsi que par la présence possible de résidus de pesticides, de matière organique et de contaminants liés à l'élevage. Leur transfert vers les eaux superficielles et souterraines se fait principalement par ruissellement, drainage et lessivage. La littérature récente confirme que ces apports diffus constituent l'une des principales causes d'eutrophisation et de dégradation de la qualité des eaux dans les bassins agricoles **(**Hussain *et al*., 2025 ; Tian *et al*., 2025).

3.4. Autres paramètres chimiques et biologiques

Outre la DBO_5, la DCO, les matières en suspension, l'azote total et le phosphore total, d'autres paramètres jouent un rôle important dans la caractérisation des eaux usées, comme l'ammonium, les nitrates, les ortho phosphates, la conductivité, le pH, le potentiel redox et certains métaux traces. Les développements récents montrent également une transition vers des approches de suivi en temps réel et vers l'intégration d'indicateurs plus sensibles aux micropolluants et à l'antibiorésistance (Moretti *et al*., 2024 ; Punch *et al*., 2025).

4. Polluants présents dans les eaux usées

4.1. Polluants d'origine physique

Les polluants physiques comprennent principalement les matières en suspension, les particules minérales, les débris organiques, les solides grossiers, les sédiments et, de plus en plus, les microplastiques. Ces éléments altèrent les propriétés physiques des milieux aquatiques en augmentant la turbidité, en réduisant la pénétration lumineuse et en modifiant les dynamiques de sédimentation. Les études récentes montrent également que les microplastiques présents dans les eaux usées et les systèmes de ruissellement peuvent agir comme vecteurs de contaminants et interférer avec les communautés microbiennes et les cycles biogéochimiques (Lee *et al*., 2024 ; Essien *et al*., 2025).

4.2. Polluants d'origine chimique

4.2.1. Éléments traces métalliques

Les éléments traces métalliques tels que le plomb, le cadmium, le mercure, le chrome, le cuivre, le zinc et l'arsenic constituent une classe de polluants particulièrement préoccupante en raison de leur persistance, de leur potentiel de bioaccumulation et de leur toxicité, même à

faibles concentrations. Ils proviennent principalement des rejets industriels, de certains déchets ménagers et de diverses activités anthropiques. Leur présence dans les eaux usées complique fortement les traitements et pose des risques à long terme pour les écosystèmes aquatiques et la santé humaine (Oladimeji *et al*., 2024 ; Kato & Kansha, 2024).

4.2.2. Produits pharmaceutiques et produits de soins personnels

Les résidus pharmaceutiques et les produits de soins personnels figurent parmi les contaminants émergents les plus fréquemment détectés dans les eaux usées domestiques et hospitalières. Ils proviennent principalement de l'excrétion humaine, de l'élimination inappropriée des médicaments et de l'usage quotidien de produits d'hygiène. Des travaux récents ont montré que plusieurs composés, tels que l'acétaminophène, la caféine, certains antibiotiques, antidépresseurs et biocides, restent détectables dans les influents, les effluents finaux et parfois les bio solides, malgré le traitement (Gewurtz *et al*., 2025).

4.2.3. Pesticides et herbicides

Les pesticides et herbicides peuvent atteindre les eaux usées et les milieux aquatiques par ruissellement, drainage, lessivage, dérive de pulvérisation ou transferts indirects via les réseaux d'assainissement. Les travaux récents montrent que la contamination est le plus souvent multi résiduelles, avec une fréquence particulièrement élevée pour les herbicides dans les zones agricoles. Cette contamination diffuse constitue un enjeu majeur pour l'évaluation du risque écologique, car les organismes aquatiques sont exposés à des mélanges de substances actives et de métabolites (Navarro *et al*., 2024 ; European Environment Agency, 2025).

4.2.4. Polluants chimiques issus des activités industrielles

Les effluents industriels peuvent contenir une grande variété de polluants chimiques dangereux, notamment des solvants, hydrocarbures, composés organiques volatils, colorants, phénols et métaux. Ces substances peuvent exercer une toxicité chronique sur les organismes aquatiques, contaminer les sédiments et perturber le fonctionnement des procédés biologiques de traitement. Leur grande diversité justifie le développement de stratégies de surveillance ciblées et de filières de traitement combinées (Kato & Kansha, 2024).

4.2.5. Produits chimiques domestiques

Les produits chimiques domestiques comprennent notamment les détergents, agents tensioactifs, parfums synthétiques, conservateurs, filtres UV et autres ingrédients présents dans les produits ménagers et cosmétiques. Une partie de ces composés n'est pas totalement éliminée

par les stations d'épuration conventionnelles, ce qui favorise leur transfert vers les eaux de surface, les sédiments et parfois les boues. Leur occurrence fréquente et leurs effets potentiels en mélange expliquent leur intérêt croissant dans les programmes de surveillance environnementale (Gewurtz *et al*., 2025).

4.2.6. Pathogènes bactériens dans les eaux usées

Les eaux usées domestiques, hospitalières, agricoles et mixtes peuvent contenir divers agents pathogènes bactériens, parmi lesquels *Escherichia coli*, *Salmonella* spp., *Shigella* spp. Et d'autres bactéries entériques. L'enjeu sanitaire actuel ne concerne pas seulement leur présence, mais aussi la circulation de bactéries multirésistantes et de gènes de résistance aux antibiotiques dans les réseaux d'assainissement. Les synthèses récentes confirment que la surveillance des eaux usées est devenue un outil important pour suivre l'antibiorésistance à l'échelle communautaire dans une perspective One Health (Punch *et al*., 2025).

5. Épuration des eaux usées

L'épuration des eaux usées a pour objectif de produire une eau traitée conforme aux exigences réglementaires et sanitaires, afin de permettre son rejet dans le milieu récepteur ou sa réutilisation dans des conditions sûres. Ce processus vise à réduire ou éliminer les polluants physiques, chimiques et microbiologiques présents dans les effluents d'origine domestique, industrielle ou agricole. Le choix des procédés dépend de la nature des eaux à traiter, des contraintes locales, des performances attendues et des usages envisagés pour l'eau épurée. Les approches récentes insistent également sur l'intégration de la logique *fit-for-purpose*, selon laquelle le niveau de traitement doit être adapté à l'usage final de l'eau traitée (Kato & Kansha, 2024 ; Ukoha-Onuoha, 2026).

5.1. Les principales étapes du traitement des eaux usées

Le traitement des eaux usées est généralement organisé en plusieurs étapes successives : les prétraitements, le traitement primaire, le traitement secondaire et, lorsque nécessaire, le traitement tertiaire ou avancé. Chacune de ces étapes cible des catégories spécifiques de contaminants et contribue à améliorer progressivement la qualité de l'eau. Dans les systèmes modernes, ces barrières sont conçues de manière complémentaire, en particulier lorsque l'eau produite est destinée à la réutilisation **(**Kato & Kansha, 2024 ; Ukoha-Onuoha, 2026).

5.1.1. Prétraitements

Les prétraitements constituent la première étape de l'épuration. Ils ont pour fonction d'éliminer mécaniquement les éléments grossiers susceptibles de perturber le fonctionnement des ouvrages situés en aval, tels que les plastiques, chiffons, sables, graviers, huiles et graisses flottantes. Cette phase comprend généralement le dégrillage, le tamisage, le dessablage et le dégraissage. Bien qu'elle n'assure pas une dépollution poussée à elle seule, elle reste essentielle pour protéger les équipements et améliorer l'efficacité des traitements ultérieurs **(**Kato et Kansha, 2024).

5.1.2. Traitements primaires

Le traitement primaire repose principalement sur des procédés physiques de séparation, en particulier la décantation des matières sédimentables et l'élimination d'une partie des matières en suspension et de la matière organique particulaire. Dans certains cas, il peut être renforcé par des procédés de coagulation-floculation ou de précipitation chimique afin d'améliorer la séparation des particules fines et colloïdales. Cette étape permet une réduction significative de la charge solide et d'une fraction de la pollution organique, tout en produisant des boues primaires qui nécessitent une gestion spécifique (Kato & Kansha, 2024).

5.1.3. Traitements secondaires

Le traitement secondaire correspond à la phase biologique de l'épuration. Il repose sur l'activité de microorganismes capables de dégrader la matière organique dissoute ou finement particulaire, le plus souvent en conditions aérobies. Cette étape permet une réduction importante de la demande biochimique en oxygène sur cinq jours (DBO_5) et d'une partie significative de la demande chimique en oxygène (DCO). Les procédés les plus courants incluent les boues activées, les lagunes aérées, les réacteurs biologiques séquentiels et les systèmes à biofilm. Leur efficacité dépend notamment de la biodégradabilité de l'effluent, du temps de séjour, de l'aération et de la stabilité de la biomasse microbienne (Kato & Kansha, 2024).

5.1.4. Traitements tertiaires

Le traitement tertiaire, également qualifié de traitement avancé, intervient lorsque la qualité de l'eau issue des étapes précédentes reste insuffisante au regard des objectifs de rejet ou de réutilisation. Il permet d'éliminer plus finement les nutriments, les matières en suspension résiduelles, certains métaux, les micropolluants ainsi que les microorganismes pathogènes. Les procédés tertiaires incluent notamment la filtration, la désinfection, l'adsorption, les procédés membranaires et certaines technologies d'oxydation avancée. Cette étape devient

particulièrement importante lorsque l'eau traitée est destinée à des usages agricoles, industriels ou, dans certains cas, à des schémas de réutilisation indirecte à visée potable (Kato et Kansha, 2024 ; Obijianya *et al*., 2025).

6. Approches alternatives dans le traitement des eaux usées

En raison des limites économiques, énergétiques ou environnementales de certains procédés conventionnels, des approches alternatives ou complémentaires se sont développées ces dernières années. Parmi elles figurent la phytoremédiation, les zones humides construites, les procédés fondés sur la nature et certaines filières extensives. Ces solutions présentent souvent une consommation énergétique plus faible, une meilleure intégration environnementale et une capacité intéressante à réduire certains nutriments et contaminants dans des contextes adaptés. Toutefois, leurs performances dépendent fortement du climat, de la charge polluante, du temps de séjour hydraulique et des conditions d'exploitation (Hamidi, 2025 ; Ukoha-Onuoha, 2026).

7. Indice de biodégradabilité des eaux usées

L'indice de biodégradabilité constitue un paramètre important pour apprécier l'aptitude d'un effluent à être traité biologiquement. Il est généralement exprimé par le rapport DBO_5/DCO, qui renseigne sur la proportion de matière organique biodégradable par rapport à la charge organique totale. En pratique, un rapport élevé traduit une bonne aptitude aux traitements biologiques classiques, tandis qu'un rapport faible peut signaler la présence importante de composés réfractaires, toxiques ou difficilement biodégradables. Cet indice est donc largement utilisé comme outil diagnostique pour orienter le choix des procédés de traitement et évaluer la faisabilité d'une épuration biologique efficace (Kato & Kansha, 2024).

8. Réutilisation durable des eaux usées

8.1. Notion de valorisation des eaux usées traitées

La valorisation des eaux usées traitées correspond à leur réemploi après un traitement approprié, dans des usages compatibles avec leur niveau de qualité. Elle s'inscrit dans une logique de gestion intégrée et circulaire de l'eau, particulièrement pertinente dans les régions soumises au stress hydrique. Les usages potentiels incluent l'irrigation agricole, l'arrosage paysager, certaines applications industrielles, la recharge maîtrisée des aquifères ou, dans des cadres très contrôlés, des schémas de réutilisation potable indirecte. Les travaux récents montrent que cette approche permet de réduire la pression sur les ressources conventionnelles

tout en valorisant une ressource hydrique alternative (Ukoha-Onuoha, 2026 ; Obijianya *et al*., 2025).

8.2. Perspectives d'une réutilisation durable

La réutilisation durable des eaux usées traitées repose sur une approche fondée sur le risque, sur l'adéquation entre la qualité de l'eau et l'usage final, ainsi que sur une surveillance régulière des performances du système. Cette stratégie présente des avantages environnementaux, économiques et sociaux, notamment en agriculture où elle peut contribuer à sécuriser l'irrigation, recycler une partie des nutriments résiduels et améliorer la résilience face aux sécheresses. Néanmoins, sa durabilité dépend de la maîtrise des risques microbiologiques, chimiques et éco toxicologiques, en particulier ceux liés aux micropolluants, aux métaux, aux agents pathogènes et à l'antibiorésistance (Hamidi, 2025 ; Ofori *et al*., 2025 ; Ukoha-Onuoha, 2026).

9. Réutilisation sur site des eaux traitées

9.1. Valorisation directe des eaux usées traitées

La réutilisation directe correspond à l'emploi des eaux usées traitées sans passage préalable par un milieu naturel tampon. Elle concerne surtout des usages non potables, tels que l'irrigation agricole et paysagère, le nettoyage urbain, le refroidissement industriel ou certains procédés techniques. Dans cette approche, la qualité de l'eau doit être définie selon une logique *fit-for-purpose*, c'est-à-dire ajustée au type d'usage, au niveau d'exposition et aux exigences de sécurité sanitaire et environnementale (European Commission, 2020 ; ISO, 2020 ; World Bank, 2023).

9.2. Valorisation non directe des eaux résiduaires traitées

La réutilisation indirecte consiste à réintroduire l'eau traitée dans un milieu tampon, tel qu'une nappe, une rivière, un lac ou un réservoir, avant un nouveau captage et, le cas échéant, un traitement complémentaire. Dans les schémas de réutilisation potable indirecte, ce milieu naturel joue le rôle de barrière additionnelle grâce à des mécanismes de dilution, de biodégradation, d'adsorption et de temps de résidence. Cette approche exige une validation rigoureuse des barrières de traitement, un système de surveillance robuste et une gestion du risque strictement encadrée (Yang *et al*., 2022 ; U.S; California State Water Resources Control Board, 2026).

10. Voies de réutilisation des eaux usées traitées

10.1. Réutilisation industrielle des eaux usées épurées

L'utilisation industrielle des eaux usées traitées concerne des applications telles que le refroidissement, le nettoyage des équipements, l'arrosage des sites industriels ou certaines opérations de fabrication compatibles avec une eau non potable. Dans un contexte d'économie circulaire et de raréfaction de la ressource, cette voie de valorisation prend de l'importance, car elle permet de réduire la demande en eau douce et de limiter les coûts associés au prélèvement et au rejet. Dans plusieurs cas, des traitements avancés complémentaires, notamment membranaires, sont nécessaires pour atteindre la qualité requise par les procédés industriels (Kato & Kansha, 2024 ; Jährig *et al*., 2025).

10.2. Réutilisation des eaux traitées à des fins non alimentaires

La réutilisation à des fins non alimentaires comprend l'arrosage des espaces verts, le nettoyage des voiries, certains usages urbains, le lavage ou encore des applications techniques non directement liées à la chaîne alimentaire. Ces usages constituent souvent une voie d'entrée pragmatique pour les programmes de réutilisation, car ils présentent un risque généralement plus faible que les usages potables ou alimentaires, tout en offrant un bénéfice concret en matière d'économie d'eau douce (European Commission, 2020 ; World Bank, 2023).

10.3. Réutilisation des eaux usées traitées à des fins alimentaires et potables

L'utilisation des eaux usées traitées pour des usages alimentaires, et plus encore pour des usages potables, nécessite un niveau de traitement très élevé ainsi qu'un encadrement réglementaire et sanitaire particulièrement strict. Dans le cas de l'irrigation de cultures alimentaires, la qualité microbiologique et chimique doit être compatible avec la sécurité sanitaire des produits. Pour les schémas de réutilisation potable indirecte ou directe, les exigences sont encore plus fortes et reposent sur des traitements avancés, une multiplication des barrières de sécurité, une validation analytique rigoureuse et une acceptabilité sociale suffisante (Ofori *et al*., 2025 ; U.S. Environmental Protection Agency, 2026).

10.4. Utilisation agricole des eaux résiduaires traitées

L'irrigation agricole par eaux usées traitées est l'une des formes les plus développées de réutilisation à l'échelle mondiale. Elle permet de sécuriser les apports en eau dans les zones soumises au stress hydrique et peut, dans certains cas, contribuer à l'apport de nutriments résiduels utiles aux cultures. Toutefois, sa mise en œuvre doit être rigoureusement encadrée, car

elle peut également entraîner des risques liés à l'accumulation de sels, de métaux, de micropolluants, d'agents pathogènes ou de gènes de résistance. Les travaux récents soulignent ainsi l'importance d'une approche multicritère combinant qualité de l'eau, type de culture, méthode d'irrigation, nature du sol et surveillance sanitaire (Hamidi, 2025 ; Ofori *et al*., 2025 ; Obijianya *et al*., 2025).

11. Normes et législation en Algérie sur la réutilisation des eaux épurées pour l'irrigation

En Algérie, la réutilisation des eaux usées épurées à des fins d'irrigation est encadrée par des textes réglementaires spécifiques, notamment l'arrêté interministériel du 2 janvier 2012 fixant les spécifications des eaux usées épurées utilisées à des fins d'irrigation ainsi que la liste des cultures autorisées. Ce texte définit des seuils pour différents paramètres physicochimiques et microbiologiques, et adapte l'usage de cette eau selon la nature des cultures. Même si ce cadre réglementaire est antérieur aux développements scientifiques les plus récents, il demeure la référence juridique applicable dans le contexte algérien (Journal officiel de la République algérienne, 2012).

Dans une perspective plus actuelle, l'application de ces normes gagnerait à être complétée par une approche de gestion du risque fondée sur l'usage, tenant compte non seulement des paramètres conventionnels, mais aussi des contaminants émergents, de l'antibiorésistance et des scénarios réels d'exposition. Les analyses récentes sur la réutilisation agricole de l'eau montrent que cette évolution est désormais au cœur des discussions scientifiques et réglementaires internationales (Ofori *et al*., 2025 ; Obijianya *et al*., 2025).

12. Critères microbiologiques d'évaluation sanitaire

Les critères microbiologiques occupent une place centrale dans l'évaluation sanitaire des eaux usées traitées, en particulier lorsqu'elles sont destinées à l'irrigation ou à d'autres usages impliquant une exposition humaine ou animale. Ils reposent classiquement sur des indicateurs tels que *Escherichia coli*, certains pathogènes entériques et, dans plusieurs cadres de référence, les œufs d'helminthes. Aujourd'hui, cette évaluation tend à être élargie à des approches plus globales de gestion du risque, incluant la surveillance des agents résistants aux antibiotiques et la prise en compte du scénario réel d'exposition. Cette logique s'inscrit dans une approche "de la source à l'usage" visant à garantir la sécurité sanitaire tout au long de la chaîne de réutilisation (FAO & WHO, 2023 ; Punch *et al*., 2025).

Tableau 1.Caractéristiques microbiologiques des eaux usées traitées destinées à l'irrigation agricole selon la réglementation algérienne (JORADP, 2012)

Groupe de cultures	**Coliformes fécaux** ***(UFC/100 mL, moyenne géométrique)***	**Nématodes intestinaux** ***(œufs/L, moyenne arithmétique)***
Irrigation non restrictive	**< 100**	**Absence**
Cultures de produits pouvant être consommés crus	< 100	Absence
Legumes non consommés cuits	< 100	Absence
Irrigation avec restrictions		
Légumes destinés à la conserverie ou à la transformation non alimentaire	< 250	< 0,1
Arbres fruitiers (1)	< 1000	< 1
Cultures et arbustes fourragers (2)	< 1000	< 1
Cultures céréalières	< 1000	< 1
Cultures industrielles (3)	< 1000	< 1
Arbres forestiers	< 1000	< 1
Plantes florales et ornementales (4)	< 1000	< 1
Cultures du groupe « pas de norme recommandée »	Pas de norme recommandée	Pas de norme recommandée

13. Paramètres physicochimiques

L'évaluation de la qualité des eaux usées traitées destinées à l'irrigation repose en grande partie sur l'analyse des paramètres physicochimiques, car ceux-ci déterminent à la fois l'aptitude de l'eau à l'usage agricole et ses effets potentiels sur les sols, les cultures et l'environnement. Les travaux récents montrent que les paramètres les plus déterminants pour la réutilisation agricole incluent le pH, la conductivité électrique (CE), la salinité totale, le sodium et, de manière très importante, le rapport d'adsorption du sodium (SAR), car ils conditionnent les risques de salinisation et de sodisation des sols, deux processus susceptibles d'altérer la structure du sol, de réduire l'infiltration de l'eau et de compromettre la productivité agricole à moyen et long terme (Saleh *et al*., 2025 ; Obijianya *et al*., 2025 ; Köksal *et al*., 2025).

Par ailleurs, la charge organique résiduelle, généralement estimée par la demande biochimique en oxygène sur cinq jours (DBO_5) et la demande chimique en oxygène (DCO), reste un indicateur essentiel pour apprécier la stabilité de l'effluent, le risque d'odeurs, le développement microbien et l'encrassement potentiel des réseaux et systèmes d'irrigation, notamment dans les dispositifs localisés. Les synthèses récentes sur la caractérisation des eaux usées rappellent que ces paramètres doivent être interprétés conjointement avec les matières en suspension, la turbidité et les matières dissoutes, car leur combinaison influence directement la performance agronomique et technique de la réutilisation **(**Moretti *et al*., 2024 ; Köksal *et al*., 2025).

Le suivi des nutriments, en particulier de l'azote et du phosphore, est également indispensable. En effet, les eaux usées traitées peuvent jouer un rôle fertilisant utile, mais un apport excessif peut entraîner des déséquilibres nutritionnels, des pertes par lessivage vers les eaux souterraines, ou encore des phénomènes d'eutrophisation lorsque les excédents rejoignent les milieux aquatiques. Plusieurs études récentes montrent que l'irrigation par eaux usées traitées améliore souvent la disponibilité de certains nutriments dans le sol, mais qu'elle exige un suivi régulier pour éviter les effets cumulatifs indésirables (Saleh *et al*., 2025 ; Benlemlih *et al*., 2025).

La surveillance des éléments traces métalliques et d'autres contaminants chimiques demeure essentielle afin de prévenir leur accumulation progressive dans les sols, leur transfert vers les cultures et leurs conséquences sur la qualité sanitaire des produits agricoles. Les publications récentes indiquent que, même lorsque les niveaux restent globalement dans des limites acceptables, certains éléments comme le Ni et le Pb nécessitent une vigilance continue, en particulier dans les systèmes de réutilisation de longue durée ou lorsque la qualité du traitement est variable (Saleh *et al*., 2025 ; Mohammed *et al*., 2025).

Tableau 2.Principaux paramètres physicochimiques à surveiller dans les eaux usées traitées destinées à l'irrigation agricole.

Paramètre	**Intérêt agronomique et environnemental**	**Risque principal en cas de valeur élevée**
pH	Renseigne sur l'acidité ou l'alcalinité de l'eau et influence la disponibilité des nutriments ainsi que le comportement des métaux dans le sol	Déséquilibres chimiques du sol, baisse de disponibilité de certains nutriments

Conductivité électrique (CE)	Indicateur global de la salinité de l'eau d'irrigation	Salinisation du sol, stress osmotique, baisse de rendement
SAR (Sodium Adsorption Ratio)	Évalue le risque de sodisation et la dominance du sodium par rapport au calcium et au magnésium	Dégradation de la structure du sol, baisse de perméabilité et d'infiltration
Solides dissous totaux (TDS)	Reflètent la charge minérale totale de l'eau	Accumulation de sels dans le sol, limitation de la réutilisation à long terme
MES / TSS	Indiquent la quantité de particules en suspension	Colmatage des systèmes d'irrigation, en particulier goutte-à-goutte
DBO_5	Mesure la fraction biodégradable de la matière organique	Développement microbien, odeurs, instabilité biologique
DCO	Estime la charge organique totale oxydable	Pollution résiduelle, encrassement des réseaux et équipements
Azote total / NH_4^+ / NO_3^-	Apport fertilisant potentiel pour les cultures	Lessivage nitrique, déséquilibres nutritionnels, contamination des eaux
Phosphore total / PO_4^{3-}	Peut contribuer à la fertilisation phosphatée	Accumulation dans le sol, risque d'eutrophisation
Na^+ et Cl^-	Paramètres critiques pour la tolérance de nombreuses cultures	Toxicité ionique, salinité accrue, réduction de croissance
Éléments traces métalliques (Pb, Cd, Ni, Cr, Zn, Cu, etc.)	Évaluation de la sécurité chimique de l'eau d'irrigation	Accumulation dans le sol, transfert aux plantes, risque sanitaire
Turbidité	Indicateur de qualité physique et de présence de particules fines	Colmatage, diminution de l'efficacité des traitements complémentaires

Source : synthèse adaptée de Moretti *et al*. (2024), Saleh *et al*. (2025), Obijianya *et al*. (2025), Köksal et al. (2025), Benlemlih et al. (2025).

15. Stratégies de valorisation des effluents traités pour l'irrigation agricole en Algérie

En Algérie, la réutilisation des eaux usées traitées pour l'irrigation agricole s'inscrit dans un contexte de stress hydrique croissant, qui renforce l'intérêt pour les ressources en eau non conventionnelles. Les analyses récentes montrent que cette option est désormais considérée comme stratégique pour soutenir l'agriculture dans les zones déficitaires, réduire la pression sur les ressources conventionnelles et renforcer la résilience des systèmes de production face à

la variabilité climatique. Toutefois, malgré l'augmentation progressive des capacités de traitement, la valorisation agricole des effluents traités demeure encore inférieure au potentiel mobilisable, en raison de contraintes liées à la performance réelle des stations d'épuration, à la continuité du service, à la proximité des périmètres irrigués, aux coûts de transfert, ainsi qu'aux limites de gouvernance et de coordination institutionnelle (Dairi *et al*., 2022 ; Rezzoug *et al*., 2025).

Dans les régions algériennes les plus exposées à la rareté de l'eau, la réutilisation des eaux usées traitées apparaît particulièrement attractive, car elle permet d'assurer un apport hydrique plus régulier et de soutenir des productions agricoles qui seraient autrement limitées par la pénurie d'eau. Néanmoins, les publications récentes insistent sur le fait que cette valorisation ne peut être durable que si elle repose sur un encadrement technique robuste, une surveillance régulière de la qualité de l'eau et des sols, ainsi qu'une planification territoriale intégrant les usages agricoles réels et les capacités de traitement disponibles (Rezzoug *et al*., 2025 ; Darko *et al*., 2025).

Dans cette perspective, les stratégies de valorisation en Algérie devraient s'orienter vers une approche plus intégrée, fondée sur le principe du fit-for-purpose, dans laquelle la qualité de l'effluent, le type de culture, le mode d'irrigation, la nature du sol et le niveau de risque sanitaire sont considérés conjointement. Une telle approche permettrait de mieux cibler les usages, de sécuriser la réutilisation et d'améliorer l'acceptabilité technique et institutionnelle de cette ressource alternative dans les systèmes agricoles algériens (European Commission, 2020 ; FAO & WHO, 2023).

16. Effets positifs de l'irrigation par eaux usées traitées sur la végétation

L'irrigation par eaux usées traitées peut produire plusieurs effets positifs sur la végétation lorsqu'elle est mise en œuvre dans des conditions maîtrisées. En plus d'assurer un apport hydrique complémentaire dans les régions soumises au déficit pluviométrique, elle peut fournir une fraction utile de nutriments, améliorer certains paramètres de fertilité du sol et, dans certains cas, contribuer au maintien ou à l'amélioration de la productivité végétale. Cependant, ces effets bénéfiques dépendent fortement de la qualité de l'eau, de la durée d'utilisation, de la sensibilité de la culture et de la capacité à maîtriser les risques de salinité, de toxicité ionique et d'accumulation de contaminants (Odone *et al*., 2024 ; Abou Jaoude *et al*., 2025 ; Perulli *et al*., 2026).

16.1. Amélioration de la qualité nutritionnelle des fruits

L'irrigation par eaux usées traitées peut contribuer à améliorer l'état nutritionnel des plantes en apportant, en plus de l'eau, une partie de leurs besoins en éléments minéraux, notamment l'azote, le phosphore, le potassium et certains ions majeurs. Cette contribution fertilisante peut influencer la croissance végétative, la nutrition minérale et certaines caractéristiques technologiques des fruits, à condition que la salinité et les ions spécifiques restent à des niveaux compatibles avec la tolérance de l'espèce cultivée. Les travaux récents menés sur vergers irrigués par eau régénérée confirment que cette ressource peut jouer un rôle de Ferti irrigation partielle, mais que son intérêt agronomique dépend fortement de la qualité de l'effluent et de son pilotage dans le système sol–plante (Perulli *et al*., 2026 ; Karef *et al*., 2025).

Chez les agrumes, des recherches récentes sur *Citrus clementina* irrigué à long terme avec une eau régénérée saline ont montré que la qualité du fruit pouvait être modifiée, avec des variations de la teneur en jus, des solides solubles, de l'acidité titrable et de certains paramètres du statut minéral. Ces résultats indiquent que l'irrigation par eau usée traitée peut influencer la qualité nutritionnelle et technologique des fruits, mais que ces effets bénéfiques ne peuvent être maintenus que si les apports en sels et en ions potentiellement phytotoxiques sont strictement surveillés (Auñón-Calles *et al*., 2025 ; Romero-Trigueros *et al*., 2024).

16.2. Influence sur les métabolites secondaires

Les métabolites secondaires, notamment les polyphénols, flavonoïdes, pigments et autres composés bioactifs, jouent un rôle important dans les propriétés antioxydantes, sensorielles et fonctionnelles des productions végétales. L'irrigation par eaux usées traitées peut moduler leur accumulation selon un double mécanisme : d'une part, par un effet nutritionnel lié à l'apport de nutriments, et d'autre part, par un effet de stress modéré, notamment en présence de salinité ou d'ions spécifiques, capable d'activer certaines voies métaboliques de défense. Chez *Citrus clementina*, des changements marqués dans le profil des acides aminés libres et de certaines phytohormones de stress, telles que l'acide abscissique et l'acide salicylique, ont été observés après irrigation prolongée avec une eau régénérée saline, suggérant une reprogrammation métabolique susceptible d'influencer indirectement la synthèse de composés bioactifs (Auñón-Calles *et al*., 2025).

Dans le cas de l'olivier, les données les plus robustes montrent surtout que la qualité de l'eau d'irrigation peut modifier les caractéristiques fonctionnelles de l'huile, notamment à

travers les composés phénoliques, les pigments et la stabilité oxydative. Même si les effets exacts dépendent du cultivar, du niveau de salinité et des conditions pédoclimatiques, ces observations soutiennent l'idée que la qualité de l'eau de réutilisation peut influencer le métabolisme secondaire et, par conséquent, la qualité fonctionnelle du produit final (Tsitsipas *et al*., 2025 ; Perulli *et al*., 2026).

16.3. Effets sur la santé des plantes et maîtrise des composés toxiques

Lorsque l'irrigation par eaux usées traitées est accompagnée d'une gestion adaptée l'accumulation de composés potentiellement phytotoxiques, tels que le sodium et le chlorure, peut être limitée à des niveaux compatibles avec le maintien des fonctions physiologiques de la plante. Les études récentes sur les agrumes irrigués avec des eaux régénérées montrent en effet que la réponse végétale dépend moins du simple usage de l'eau traitée que de la capacité à contrôler la salinité, les rapports ioniques et la dynamique d'accumulation dans le système sol–plante (Auñón-Calles *et al*., 2025 ; Romero-Trigueros *et al*., 2024 ; Li *et al*., 2025).

16.4. Réduction du recours aux intrants chimiques

L'un des avantages les plus fréquemment rapportés de l'irrigation par eaux usées traitées réside dans sa capacité à réduire partiellement les besoins en fertilisation minérale. Comme ces eaux contiennent souvent des quantités non négligeables d'azote, de phosphore, de potassium et parfois de matière organique dissoute, elles peuvent jouer un rôle de ressource nutritive complémentaire. Des travaux récents montrent que cette fertilisation indirecte peut se traduire par une économie d'intrants, à condition de raisonner les apports de manière intégrée afin d'éviter les excès et les déséquilibres nutritionnels (Odone *et al*., 2024 ; Karef *et al*., 2025 ; Abou Jaoude *et al*., 2025).

16.5. Valorisation des résidus organiques et amélioration de la fertilité du sol

Au-delà de l'apport en nutriments minéraux, l'irrigation par eaux usées traitées peut également enrichir le sol en fractions organiques labiles, susceptibles de soutenir certaines fonctions biologiques et de contribuer à l'amélioration de la fertilité. Des études récentes ont observé des augmentations de la matière organique du sol, du carbone organique total et de certains indicateurs biologiques dans des systèmes irrigués par eau usée traitée, ce qui suggère un effet positif potentiel sur le fonctionnement du sol lorsque la qualité de l'eau est convenablement contrôlée (Majrashi *et al*., 2025 ; Leogrande *et al*., 2022 ; Abou Jaoude *et al*., 2025).

16.6. Production fourragère améliorée

Dans les systèmes fourragers, l'irrigation par eaux usées traitées peut accroître les rendements en biomasse grâce à l'apport simultané d'eau et de nutriments. Cet effet est particulièrement intéressant dans les zones arides et semi-arides, où la variabilité hydrique limite souvent la production de fourrage. Des études récentes indiquent que l'usage raisonné des eaux usées traitées peut améliorer la croissance végétative, enrichir certains profils minéraux des fourrages et soutenir la disponibilité alimentaire pour le bétail, à condition de maintenir une surveillance rigoureuse de la qualité de l'eau, du sol et du fourrage produit (Atoui *et al*., 2026 ; Chauhan *et al.*, 2025).

16.7. Réduction de la pression sur les ressources en eau douce

L'utilisation des eaux usées traitées en irrigation contribue directement à diminuer la pression exercée sur les ressources conventionnelles en eau, en particulier dans les régions méditerranéennes, arides ou semi-arides. Cette substitution partielle peut sécuriser l'approvisionnement hydrique des cultures, stabiliser les productions et favoriser des stratégies d'adaptation au changement climatique. Dans les systèmes agropastoraux, cet avantage est particulièrement important, car la disponibilité en eau conditionne fortement la production fourragère et, par extension, la durabilité des élevages (Rezzoug *et al*., 2025 ; Atoui *et al*., 2026 ; Wang *et al*., 2026).

16.8. Effets sur la qualité nutritionnelle des fourrages

Les eaux usées traitées peuvent améliorer certains paramètres nutritionnels des fourrages, notamment par l'apport d'éléments minéraux et par leur effet sur la croissance végétative. Les résultats récents obtenus dans des environnements secs montrent que cette pratique peut conduire à des fourrages plus riches en certains minéraux, ce qui peut être intéressant pour l'alimentation animale, à condition que les teneurs en contaminants et en éléments potentiellement toxiques restent sous contrôle (Chauhan et al., 2025 ; Atoui *et al*.2026).

16.9. Utilisation dans des systèmes intégrés, y compris l'aquaculture

Dans certains contextes, les eaux usées traitées peuvent aussi être intégrées à des systèmes de production élargis, notamment dans des approches circulaires associant irrigation, valorisation des nutriments et, plus ponctuellement, aquaculture ou systèmes multi trophiques. Toutefois, ces usages requièrent un niveau de maîtrise sanitaire encore plus strict, car ils

impliquent des risques spécifiques de transfert microbiologique et chimique. Les lignes directrices récentes insistent sur la nécessité d'une évaluation du risque rigoureuse avant tout usage de l'eau réutilisée dans des chaînes de production destinées à l'alimentation humaine ou animale (FAO & WHO, 2023 ; Ofori *et al*., 2025).

16.10. Risques sanitaires et gestion des contaminants

Malgré les avantages agronomiques potentiels, l'utilisation d'eaux usées insuffisamment traitées ou mal surveillées peut exposer les systèmes agricoles à des risques sanitaires importants. Les contaminants concernés incluent les agents pathogènes, les éléments potentiellement toxiques, certains micropolluants organiques et les gènes de résistance aux antibiotiques. Les études récentes montrent que ces risques ne remettent pas en cause le principe de la réutilisation, mais imposent une approche de gestion fondée sur la qualité réelle de l'eau, le type de culture, les voies d'exposition et la robustesse du traitement. Dans cette logique, la stratégie la plus sûre repose sur une réutilisation fit-for-pur pose, adossée à des contrôles analytiques réguliers et à une surveillance conjointe de l'eau, du sol et des productions agricoles (Ofori et al., 2025 ; Heia et al., 2025 ; Carter et al., 2025).

Chapitre II — Phytoremédiation des eaux usées domestiques par *Azolla microphylla* : efficacité d'épuration, bioaccumulation métallique et réponses physiologiques

1. Introduction

La contamination des sols, des sédiments et des eaux par les métaux lourds, les hydrocarbures, les pesticides, les composés organiques persistants et d'autres contaminants émergents constitue un défi environnemental majeur en raison de ses répercussions sur la fertilité des sols, le fonctionnement des écosystèmes, la qualité des ressources hydriques et la sécurité sanitaire. Les approches conventionnelles de remédiation, telles que l'excavation, le confinement, le lavage physicochimique ou l'incinération, demeurent souvent coûteuses, énergivores et écologiquement perturbatrices, car elles peuvent dégrader la structure des sols, produire des résidus secondaires et déplacer la pollution plutôt que la résoudre durablement. Dans ce contexte, la recherche récente s'oriente de plus en plus vers des stratégies de dépollution à faible impact, capables d'allier efficacité environnementale, faisabilité économique et restauration écologique des milieux contaminés (Islam *et al*., 2024 ; Kumar *et al*., 2024 ; Tamma *et al*., 2025).

La phytoremédiation s'inscrit pleinement dans cette dynamique comme une technologie verte fondée sur l'utilisation des plantes, de la rhizosphère et des microorganismes associés pour extraire, immobiliser, transformer ou dégrader les polluants présents dans les matrices contaminées. Son intérêt réside non seulement dans son coût relativement modéré et sa simplicité opérationnelle, mais aussi dans sa capacité à préserver, voire restaurer, certaines fonctions biologiques du sol et des systèmes aquatiques. Les synthèses les plus récentes rappellent toutefois que son efficacité dépend fortement de la biodisponibilité des contaminants, des propriétés physicochimiques du milieu, du choix des espèces végétales, des interactions plante–microorganismes et, dans de nombreux cas, de l'usage d'amendements ou de stratégies assistées visant à améliorer l'absorption ou la stabilisation des polluants (Acharya *et al*., 2025 ; Tamma *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

Cette approche repose sur plusieurs mécanismes complémentaires, notamment la phytoextraction, la phytostabilisation, la rhizofiltration, la phytodégradation et la phytovolatilisation. Le choix du mécanisme dominant dépend du type de contaminant, du compartiment touché et de l'objectif recherché, qu'il s'agisse d'éliminer le polluant, de réduire sa mobilité ou d'en atténuer la toxicité. Les publications récentes insistent sur le fait que la phytoremédiation ne doit plus être envisagée comme une solution universelle, mais plutôt comme une stratégie intégrée, particulièrement pertinente pour les pollutions diffuses, les sites

de grande surface et les contextes où la restauration écologique est aussi importante que la décontamination elle-même (Kumar *et al*., 2024 ; Yadav *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

Parmi les espèces végétales d'intérêt, Azolla occupe une place particulière en raison de sa croissance rapide, de sa forte capacité de multiplication, de sa biomasse facilement récoltable et de son association symbiotique avec *Anabaena azollae*, qui lui confère une remarquable adaptation aux milieux aquatiques eutrophes ou contaminés. Les travaux récents montrent qu'*Azolla* peut participer efficacement à la capture de certains métaux et à l'amélioration de la qualité des eaux usées ou chargées en éléments toxiques, ce qui renforce son intérêt comme biomasse fonctionnelle pour les systèmes de phytoremédiation aquatique. Toutefois, les performances observées restent dépendantes de l'espèce utilisée, de la nature du contaminant, de la concentration initiale, du temps de contact et des conditions environnementales, ce qui justifie une évaluation rigoureuse avant toute extrapolation à grande échelle (Zeid *et al*., 2024 ; Lestari and Roeswitawati, 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025).

Ainsi, la phytoremédiation apparaît aujourd'hui comme une approche durable et prometteuse pour la dépollution des sols et des eaux, mais son déploiement à large échelle exige encore une meilleure maîtrise des interactions entre plantes, contaminants, microbiote et conditions du milieu. Les recherches les plus récentes mettent en avant la nécessité d'approches combinées, intégrant bio amendements, symbioses microbiennes, sélection d'espèces tolérantes et évaluation du devenir de la biomasse contaminée, afin de renforcer la robustesse, la sécurité et la transférabilité de cette technologie dans des conditions réelles (Zhang *et al*., 2024 ; Tamma *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

2. Azolla

Azolla est une petite fougère aquatique flottante à croissance rapide, appartenant au groupe des hydrophytes libres de surface. Elle colonise préférentiellement les eaux calmes ou faiblement courantes, où elle peut former un tapis végétal dense à l'interface air–eau. Cette couverture flottante modifie les conditions écologiques du milieu en réduisant la pénétration lumineuse, en influençant les échanges gazeux et en affectant potentiellement la structure biologique de l'écosystème aquatique lorsque son développement n'est pas contrôlé (Korsa *et al*., 2024). Sur le plan morphologique, la plante présente de petites frondes imbriquées portées par une tige ramifiée, avec des racines adventives fines et pendantes qui restent librement immergées dans l'eau et participent aux échanges nutritifs avec le milieu (Korsa *et al*., 2024).

L'intérêt biologique majeur d'Azolla réside dans sa symbiose avec la cyanobactérie fixatrice d'azote *Anabaena azollae* (souvent désignée aussi *Nostoc azollae* dans des travaux récents), hébergée dans des cavités foliaires spécialisées. Cette association permet à la plante de fixer l'azote atmosphérique et d'assurer une production rapide de biomasse même dans des milieux pauvres en azote minéral, ce qui explique à la fois sa forte capacité de prolifération et son intérêt agronomique et environnemental. Les revues récentes soulignent ainsi qu'Azolla constitue une ressource multifonctionnelle, mobilisée à la fois en fertilisation, en alimentation animale, en phytoremédiation et dans des approches de production durable à faible intrant (Yang *et al*., 2025 ; Yuan *et al*., 2025).

3. Taxonomie

Le genre Azolla correspond à des fougères aquatiques hétérosporées rattachées à l'ordre des Salviniales. Dans les référentiels taxonomiques contemporains, notamment *Plants of the World Online* de Kew, ce genre est classé dans la famille des Salviniaceae. Cette précision est importante, car l'ancienne attribution à la famille Azollaceae reflète surtout des classifications plus anciennes et n'est plus celle retenue dans les bases taxonomiques de référence actuelles (Royal Botanic Gardens, Kew, 2026).

Les limites spécifiques du genre ont fait l'objet de discussions, mais plusieurs espèces sont actuellement largement reconnues dans la littérature et dans les bases taxonomiques, notamment A. caroliniana, A. filiculoides, A. mexicana, A. microphylla, A. nilotica et A. pinnata. Cette diversité spécifique est importante, car la composition chimique, la productivité, la tolérance environnementale et les performances en phytoremédiation ou en nutrition animale peuvent varier d'une espèce à l'autre (Royal Botanic Gardens, Kew, 2026 ; Yang *et al*., 2025).

3.1. Classification taxonomique actualisée

- **Règne** : Plantae
- **Division** : Polypodiophyta
- **Classe** : Polypodiopsida
- **Ordre** : Salviniales
- **Famille** : Salviniaceae
- **Genre** : *Azolla*

4. Azolla microphylla

Parmi les espèces du genre, Azolla microphylla suscite un intérêt croissant comme biomasse d'intérêt agronomique et nutritionnel en raison de sa croissance rapide, de sa facilité de culture et de sa valeur nutritive potentielle. Les études récentes sur la production d'*A. microphylla* montrent que ses performances dépendent fortement des conditions de culture, notamment de l'intensité lumineuse, des apports organiques, de la disponibilité en nutriments et des modalités de gestion des bassins. Dans des conditions favorables, cette espèce peut générer une biomasse abondante, ce qui renforce son intérêt pour des systèmes de production continus destinés à l'alimentation animale ou à d'autres usages biologiques (Thepsilvisut *et al*., 2024).

Sur le plan nutritionnel, les synthèses récentes consacrées à *Azolla spp,* montrent que cette biomasse est généralement caractérisée par une teneur notable en protéines brutes sur matière sèche, souvent située dans un intervalle d'environ 15 à 35 %, ainsi que par la présence d'acides aminés essentiels, de minéraux et de composés bioactifs susceptibles d'accroître son intérêt comme ingrédient alternatif dans les systèmes d'élevage. Ces caractéristiques expliquent l'attention croissante portée à *A. microphylla* comme ressource potentielle en alimentation avicole, même si la composition exacte reste étroitement dépendante de l'espèce, du milieu de culture, de l'âge de récolte et du traitement post-récolte (Yuan *et al*., 2025 ; Boukrouh, 2026).

Il convient toutefois d'éviter toute généralisation excessive. En effet, la littérature récente insiste sur le fait que les données de composition ne sont pas entièrement transférables d'une espèce à l'autre ni d'un système de culture à l'autre. Ainsi, même si *A. microphylla* présente un potentiel réel comme ressource protéique complémentaire, son utilisation rationnelle en alimentation animale suppose une caractérisation locale rigoureuse de sa composition chimique, de sa digestibilité, de ses facteurs limitants et de sa variabilité selon les conditions de production (Yang *et al*., 2025 ; Thepsilvisut *et al*., 2024).

5. Composition chimique et valeur nutritive

La composition chimique d'Azolla est reconnue comme fortement variable, ce qui constitue à la fois un atout et une limite pour son utilisation nutritionnelle. Les revues les plus récentes indiquent que cette variabilité dépend de l'espèce considérée, de la qualité de l'eau, des conditions de culture, de la fertilisation, de la température, de l'intensité lumineuse et du stade physiologique au moment de la récolte. Malgré cette hétérogénéité, Azolla spp, sont

généralement décrites comme une biomasse riche en protéines, en minéraux et en certains acides aminés essentiels, avec une teneur en protéines brutes souvent rapportée entre 15 et 35 % de la matière sèche selon les contextes de production (Yuan *et al*., 2025 ; Yang *et al*., 2025)

La teneur en matière sèche de l'Azolla fraîche reste généralement faible, ce qui représente une contrainte pratique importante pour la conservation, le transport et la formulation des rations. Les références nutritionnelles disponibles indiquent classiquement une biomasse fraîche très humide, ce qui signifie que la valeur nutritive réelle doit être interprétée sur base de matière sèche afin d'éviter toute surestimation de l'apport nutritionnel. Cette caractéristique impose aussi de réfléchir aux procédés de séchage ou de stabilisation lorsque l'objectif est une utilisation régulière en alimentation animale (Hagag *et al*., 2025 Boukrouh, 2026).

Sur le plan qualitatif, Azolla présente un profil intéressant en acides aminés, avec une présence régulière de lysine à des niveaux jugés favorables par comparaison à plusieurs matières premières végétales conventionnelles. Les bases de données zootechniques indiquent aussi une fraction minérale relativement élevée, ce qui peut renforcer l'intérêt nutritionnel de cette ressource mais impose en parallèle une gestion attentive des taux d'incorporation dans les rations, afin de tenir compte de la teneur en cendres, de la charge fibreuse et de la digestibilité globale du produit. En d'autres termes, l'intérêt d'Azolla ne repose pas uniquement sur sa richesse protéique, mais sur l'équilibre entre apport protéique, densité minérale, profil en acides aminés, niveau de fibre et aptitude technologique à être intégré dans des régimes pratiques et économiquement viables (Yuan *et al*., 2025 ; Boukrouh, 2026 ; Feedipedia, 2026).

Les analyses comparatives récentes confirment qu'Azolla peut représenter une ressource nutritionnelle prometteuse, mais que son évaluation doit rester prudente et contextualisée. Les performances zootechniques observées chez les animaux dépendent non seulement de la composition chimique initiale, mais aussi de la forme de distribution, du niveau d'incorporation, de la palatabilité, de la digestibilité et des interactions avec les autres ingrédients de la ration. Ainsi, dans une perspective scientifique rigoureuse, Azolla doit être considérée non pas comme un substitut universel, mais comme un ingrédient alternatif à forte valeur potentielle, dont l'efficacité dépend d'une standardisation de la production et d'une validation expérimentale adaptée à chaque système d'élevage (Yuan *et al*., 2025 ; Hagag *et al*., 2025 ; Boukrouh, 2026).

6. Caractéristiques biologiques et mécanismes spécifiques

L'une des caractéristiques biologiques les plus remarquables d'Azolla réside dans sa symbiose étroite avec la cyanobactérie diazotrophe Anabaena azollae (également rapportée dans certains travaux sous l'appellation *Nostoc azollae*), localisée dans des cavités foliaires spécialisées. Cette association confère à la fougère une forte capacité de fixation de l'azote atmosphérique, ce qui lui permet de maintenir une croissance active même dans des milieux pauvres en azote minéral. Cette propriété explique en grande partie son intérêt agronomique historique, notamment comme engrais vert en riziculture, mais aussi son rôle croissant dans les stratégies de production durable intégrant bio fertilisation, valorisation de biomasse et gestion écologique des eaux (Yang *et al*., 2025).

Azolla est également reconnue pour sa croissance extrêmement rapide, qui constitue un atout majeur dans les applications de phytoremédiation. Les synthèses récentes indiquent que, dans des conditions favorables de température, de lumière et de disponibilité nutritive, sa biomasse peut doubler en 3 à 5 jours, ce qui permet une production soutenue de matière végétale et une captation rapide des contaminants ou des nutriments excédentaires présents dans le milieu. Cette dynamique de croissance rapide renforce non seulement son efficacité potentielle comme agent épurateur, mais aussi son intérêt comme biomasse valorisable après récolte, à condition que le devenir de cette biomasse contaminée soit rigoureusement contrôlé (Yang *et al*., 2025).

Sur le plan mécanistique, l'action épuratrice d'Azolla ne se limite pas à une simple absorption passive. Elle repose sur plusieurs processus complémentaires incluant l'assimilation directe des nutriments dissous, la bio sorption des ions métalliques à la surface des tissus, la bioaccumulation intracellulaire, ainsi que l'interaction avec la microflore associée à la rhizosphère ou à la surface des frondes. Dans les environnements aquatiques contaminés, Azolla peut ainsi contribuer à la réduction des charges azotées et phosphorées responsables de l'eutrophisation, tout en immobilisant ou en accumulant plusieurs éléments traces métalliques. Les travaux récents montrent que son efficacité dépend toutefois fortement de l'espèce, de la concentration initiale des polluants, du pH, du temps de séjour, de la densité de biomasse et des conditions hydrologiques, ce qui impose une interprétation prudente des performances rapportées (Sayanthan *et al*., 2024 ; Gamal *et al*., 2025).

En ce qui concerne les métaux, plusieurs études récentes confirment la capacité d'Azolla à réduire significativement la teneur en Pb, Cd, Cu, Zn, Fe et Mn dans les eaux contaminées.

Dans une étude conduite sur des eaux usées domestiques en zone semi-aride, Azolla microphylla a permis une réduction de 94,9 % de la DCO, 89 % de la DBO_5 et de plus de 93 % de MES, tout en diminuant sensiblement les concentrations en Pb, Cd, Cu, Zn, Fe et Mn. Les auteurs ont également mis en évidence des facteurs de bioconcentration élevés, appuyant l'idée que cette espèce possède un réel potentiel de phytoextraction dans les systèmes de traitement naturel des eaux (Benguennouna *et al*., 2025).

Ainsi, les mécanismes spécifiques d'Azolla reposent sur la convergence entre vigueur de croissance, fixation symbiotique de l'azote, forte surface d'échange, capacité d'assimilation nutritive et potentiel de bioaccumulation métallique. Cette combinaison explique pourquoi cette fougère est aujourd'hui considérée comme une biomasse fonctionnelle particulièrement intéressante pour les systèmes de phytoremédiation aquatique. Néanmoins, son efficacité réelle en conditions de terrain dépend de paramètres écophysiologiques et opérationnels qui doivent être optimisés pour chaque contexte de pollution, notamment lorsque l'objectif ne se limite pas à la réduction des contaminants mais inclut aussi la valorisation ou l'élimination sécurisée de la biomasse récoltée (Yang *et al*., 2025 ; Benguennouna *et al*., 2025).

7. Azolla dans le traitement des eaux usées

L'utilisation d'Azolla dans le traitement des eaux usées suscite un intérêt croissant en raison de sa capacité à agir simultanément sur plusieurs catégories de polluants, notamment les nutriments azotés et phosphorés, les matières en suspension et certains métaux lourds. Cette approche s'inscrit dans une logique de traitement extensif, écologique et à faible coût, particulièrement pertinente pour les zones où les solutions conventionnelles demeurent difficiles à déployer ou trop coûteuses à maintenir. Les revues récentes consacrées aux macrophytes flottants confirment qu'Azolla fait partie des espèces les plus prometteuses pour le polissage des effluents, en raison de sa croissance rapide, de sa capacité d'assimilation et de son potentiel de récolte périodique, qui permet d'extraire physiquement une partie des contaminants du système (Sayanthan *et al*., 2024).

Concernant l'élimination des nutriments, les données récentes montrent que certaines espèces, notamment A. pinnata et A. filiculoides, peuvent atteindre des niveaux élevés de réduction de l'azote et du phosphore dans différents types d'effluents. Une synthèse de 2024 rapporte par exemple que A. pinnata a atteint des taux de réduction de l'ammoniac allant jusqu'à 95,5 % dans certains effluents dilués, tandis que l'élimination du phosphate pouvait atteindre 93,3 % dans des conditions favorables. D'autres travaux compilés dans cette même revue

indiquent également que A. filiculoides peut montrer une élimination très élevée du phosphore et de l'azote total dans des mélanges d'eaux usées, ce qui confirme l'intérêt du genre Azolla pour la réduction de l'eutrophisation et l'amélioration de la qualité des eaux destinées à une réutilisation encadrée (Sayanthan *et al*., 2024).

Au-delà des nutriments, l'intérêt d'Azolla dans le traitement des eaux usées tient aussi à son aptitude à réduire certains métaux lourds. Une étude récente menée sur Azolla pinnata dans des eaux de drainage contaminées a montré une élimination du plomb pouvant atteindre 95,87 % au neuvième jour dans les conditions expérimentales les plus favorables. Cette même étude a confirmé la réduction concomitante de l'ammonium et du phosphore, illustrant ainsi le caractère polyvalent de cette fougère dans les systèmes de traitement biologique des eaux contaminées par des pollutions mixtes d'origine domestique, agricole ou industrielle (Gamal *et al*., 2025).

Dans le contexte algérien et semi-aride, les résultats les plus convaincants proviennent actuellement de l'étude de Benguennouna *et al*. (2025) sur Azolla microphylla, qui a montré des améliorations marquées de la qualité des eaux usées domestiques après 35 jours de traitement. Outre la réduction de la DCO, de la DBO_5 et de MES, les auteurs ont observé des diminutions significatives de plusieurs métaux, avec des réductions de 80 % pour le Pb, 80 % pour le Cd, 76 % pour le Cu, 84 % pour le Zn, 83 % pour le Fe et 85 % pour le Mn. Ces résultats sont particulièrement importants, car ils démontrent que l'utilisation d'Azolla peut être pertinente non seulement pour l'abattement de la charge organique et nutritive, mais aussi pour la dépollution métallique dans des conditions proches des réalités environnementales régionales (Benguennouna *et al*., 2025).

Il reste toutefois essentiel d'adopter une lecture critique de ces performances. Les rendements d'épuration rapportés dans la littérature dépendent fortement de la qualité initiale des effluents, du temps de contact, de la densité de couverture végétale, des conditions climatiques et de la gestion de la biomasse. En d'autres termes, Azolla ne doit pas être considérée comme une solution universelle ou autonome, mais plutôt comme une technologie naturelle complémentaire, particulièrement adaptée aux étapes de finition, de polissage ou de traitement extensif, seule ou en association avec d'autres procédés biologiques. Dans une perspective de durabilité, les enjeux futurs concernent surtout la standardisation des systèmes, l'évaluation en conditions réelles, la gestion des risques liés à la biomasse contaminée et l'intégration de cette technologie dans des chaînes de traitement circulaires et localement adaptées (Sayanthan *et al*., 2024 ; Yang *et al*., 2025 ; Benguennouna *et al*., 2025).

8. Mécanismes de la phytoremédiation

La phytoremédiation repose sur un ensemble de processus biologiques, physicochimiques et microbiens par lesquels les plantes, en interaction avec la rhizosphère, contribuent à l'extraction, l'immobilisation, la transformation ou l'élimination partielle des polluants présents dans les sols et les eaux. Les synthèses récentes rappellent que ces mécanismes ne fonctionnent pas de manière isolée, mais s'imbriquent selon la nature du contaminant, sa biodisponibilité, les propriétés du milieu et les caractéristiques physiologiques de l'espèce végétale utilisée (Islam *et al*., 2024 ; Aryal *et al*., 2024 ; Mahmud *et al*., 2026).

8.1. Phytoextraction

La Phytoextraction correspond à l'absorption des contaminants, principalement des métaux et métalloïdes, par les racines, suivie de leur translocation vers les parties aériennes de la plante, où ils s'accumulent dans les tiges ou les feuilles. Ce mécanisme est particulièrement étudié pour les éléments tels que Cd, Pb, Zn, Ni et As. Son intérêt pratique réside dans le fait que la biomasse contaminée peut ensuite être récoltée, ce qui permet de retirer physiquement une fraction du polluant du site traité. Les revues récentes soulignent cependant que l'efficacité réelle de la phytoextraction dépend fortement de la biodisponibilité du métal, de la croissance de la plante, de sa tolérance au stress métallique et de sa capacité de translocation, ce qui explique pourquoi les espèces hyperaccumulatrices restent centrales dans cette stratégie, mais souvent limitées par leur faible production de biomasse (Bhat *et al*., 2025 ; Acharya *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

Les auteurs récents insistent aussi sur le fait que la phytoextraction est rarement optimale sans assistance. L'emploi de microorganismes promoteurs de croissance, de bio amendements, de chélateurs ou de correcteurs de pH peut améliorer l'absorption des métaux, mais il doit être encadré avec prudence afin d'éviter une augmentation excessive de la mobilité des contaminants et un risque accru de transfert vers les eaux souterraines (Aryal *et al*., 2024 ; Dasari *et al*., 2026).

8.2. Phytodégradation

La phytodégradation désigne la transformation des polluants organiques par les enzymes végétales et par l'activité biologique associée à la rhizosphère. Elle concerne surtout les hydrocarbures pétroliers, certains pesticides, solvants organiques et autres composés organiques persistants. Contrairement à la phytoextraction, l'objectif ici n'est pas l'accumulation du contaminant dans la biomasse, mais sa conversion en molécules moins

toxiques, moins mobiles ou plus facilement minéralisables. Les travaux récents rappellent que ce mécanisme repose très largement sur la coopération plante–microbiote, la rhizosphère constituant une zone hautement active où les exsudats racinaires stimulent les communautés microbiennes capables de dégrader les polluants organiques (Lü *et al*., 2024 ; Liu *et al*., 2025 ; Aryal *et al*., 2024).

Cette vision est importante, car elle montre que la performance de la phytodégradation ne dépend pas uniquement de la plante elle-même, mais aussi de la structure du microbiome rhizosphérique, de la disponibilité en oxygène, de la nature chimique du polluant et du temps de résidence dans le système. En pratique, cela signifie que les systèmes les plus performants sont souvent ceux qui associent plantes adaptées, microorganismes sélectionnés et conditions édaphiques favorables.

8.3. Phytostabilisation

La phytostabilisation vise non pas à extraire le polluant, mais à le maintenir dans le sol sous une forme moins mobile et moins biodisponible. Elle repose sur plusieurs mécanismes : adsorption sur les racines, précipitation dans la rhizosphère, complexation, réduction de l'érosion éolienne ou hydrique, et limitation du lessivage. Cette stratégie est particulièrement pertinente pour les sols fortement contaminés, notamment dans les contextes miniers, où l'extraction complète des métaux est irréaliste à court terme. Les analyses récentes montrent que la phytostabilisation est surtout adaptée aux situations où l'objectif prioritaire est la réduction du risque environnemental plutôt que l'élimination totale du contaminant (Lee *et al*., 2025 ; Kuang *et al.*, 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

L'intérêt de cette approche tient à sa capacité à restaurer partiellement les fonctions écologiques du sol tout en limitant la migration des contaminants. En revanche, elle ne supprime pas la pollution initiale. Elle doit donc être comprise comme une stratégie de gestion du risque à long terme, souvent renforcée par des amendements minéraux, organiques ou argileux destinés à réduire encore davantage la mobilité des métaux (Kuang *et al*., 2025 ; Das *et al*., 2025).

8.4. Phytovolatilisation

La phytovolatilisation correspond à l'absorption de certains contaminants par la plante, suivie de leur transformation en formes volatiles relarguées dans l'atmosphère par transpiration. Ce mécanisme a surtout été étudié pour le mercure, le sélénium et, dans certains cas, certains

composés organiques volatils. Les évaluations récentes montrent que cette voie peut réduire la charge polluante du sol ou de l'eau, mais qu'elle reste scientifiquement et écologiquement plus controversée que les autres mécanismes, car elle implique un transfert du contaminant d'un compartiment environnemental vers un autre plutôt qu'une véritable élimination (Mosquera Chaverra *et al*., 2024 ; Islam *et al*., 2024).

Ainsi, même si la phytovolatilisation peut contribuer à diminuer localement certaines concentrations, son intérêt doit être évalué au cas par cas, en tenant compte de la toxicité atmosphérique potentielle des formes relarguées et du bilan environnemental global de l'opération.

8.5. Rhizofiltration

La rhizofiltration est une technique de traitement des eaux contaminées fondée sur la capacité des racines à adsorber, concentrer ou absorber les polluants dissous, en particulier les métaux lourds et certains radionucléides. Elle est particulièrement adaptée aux milieux aqueux, aux effluents faiblement à modérément contaminés et aux systèmes de traitement extensifs. Les synthèses récentes indiquent que ce mécanisme dépend beaucoup de la surface racinaire, de la densité du système racinaire, du temps de contact avec l'eau polluée et de la nature du contaminant ciblé (Islam *et al*., 2024 ; Kumar *et al*., 2024 ; Mahmud *et al*., 2026).

La rhizofiltration présente l'avantage d'être relativement simple à mettre en œuvre dans les dispositifs de traitement écologique. Néanmoins, comme pour la phytoextraction, la gestion de la biomasse racinaire contaminée reste une étape critique pour éviter tout relargage secondaire des polluants après saturation du système.

9. Applications de la phytoremédiation

9.1. Dépollution des sols contaminés par les métaux lourds

La phytoremédiation a trouvé l'une de ses applications les plus étudiées dans la gestion des sols contaminés par les métaux lourds et les métalloïdes, notamment le plomb, le cadmium, l'arsenic, le zinc et le nickel. Dans ces milieux, les contaminants persistent durablement, ne se dégradent pas biologiquement et présentent des risques élevés de transfert vers les plantes cultivées, les nappes et la chaîne alimentaire. Les revues récentes confirment que les approches les plus courantes associent phytoextraction pour les métaux biodisponibles et phytostabilisation pour les sites fortement contaminés ou dégradés (Islam *et al*., 2024 ; Dasari *et al*., 2026 ; Mahmud *et al*., 2026).

Dans le cas particulier de l'arsenic, Les travaux récents confirment que cette fougère hyperaccumulatrice conserve une place centrale dans les stratégies de remédiation des sols arsenicifères, non seulement pour sa capacité d'absorption et de translocation, mais aussi comme modèle biologique pour comprendre les bases moléculaires de l'hyperaccumulation. (Li et al., 2025).

9.2. Traitement des eaux usées et des eaux souterraines

La phytoremédiation est également largement mobilisée pour le traitement des eaux usées domestiques, agricoles et industrielles, notamment à travers les filtres plantés, les systèmes de lagunage végétalisé et les zones humides construites. Dans ces contextes, les plantes jouent un rôle direct dans l'absorption des nutriments et parfois de certains métaux, mais elles agissent aussi indirectement en structurant le milieu, en favorisant l'oxygénation locale et en soutenant l'activité microbienne qui participe à l'abattement des charges organiques et azotées. Les revues récentes montrent que ces systèmes sont aujourd'hui considérés comme des solutions crédibles pour le traitement décentralisé et le polissage écologique des effluents, avec des bénéfices environnementaux et parfois socio-économiques notables (Lin *et al*., 2025 ; Zamora-Castro *et al*., 2025).

L'intérêt de ces dispositifs réside dans leur faible coût relatif, leur robustesse et leur compatibilité avec une logique d'économie circulaire. En revanche, leurs performances restent dépendantes du climat, du temps de séjour hydraulique, du choix des espèces végétales, du type de substrat et de la charge polluante entrante. Ils doivent donc être dimensionnés avec rigueur et intégrés dans des stratégies de traitement réalistes plutôt que présentés comme des solutions universelles.

9.3. Réhabilitation des sites industriels et miniers

Les sites industriels et miniers constituent des terrains d'application privilégiés pour la phytoremédiation en raison de la fréquence des contaminations complexes qui y sont observées : métaux lourds, métalloïdes, hydrocarbures, résidus organiques, acidification et déstructuration des sols. Dans ces contextes, les approches phytoremédiatrices sont rarement limitées à un seul mécanisme. Elles combinent souvent phytostabilisation, amélioration de la couverture végétale, amendements du sol et assistance microbienne afin de réduire la dispersion des polluants, restaurer partiellement les fonctions du sol et amorcer une réhabilitation écologique progressive du site (Lee *et al*., 2025 ; Tziourrou *et al*., 2025 ; Dasari *et al*., 2026).

Les publications les plus récentes soulignent aussi que les sites contaminés représentent aujourd'hui l'un des principaux défis de la phytoremédiation, car la présence simultanée de métaux, de polluants organiques et parfois de microplastiques complexifie fortement les réponses biologiques des plantes et des microorganismes. Dans ce cadre, la phytoremédiation n'est plus envisagée uniquement comme une méthode de dépollution, mais comme un outil de phytomanagement, c'est-à-dire de gestion durable et progressive des sols dégradés, articulant réduction du risque, végétalisation, restauration paysagère et, parfois, valorisation contrôlée de la biomasse produite (Tziourrou *et al*., 2025 ; Das *et al*., 2025).

10. Avancées récentes en phytoremédiation

Les avancées récentes en phytoremédiation traduisent un changement de paradigme : cette approche n'est plus envisagée uniquement comme une solution végétale passive de dépollution, mais comme une technologie intégrée mobilisant la physiologie des plantes, les interactions plante–microbiome, les amendements fonctionnels, les outils moléculaires et, plus récemment, les apports de la nanotechnologie. Cette évolution est particulièrement importante pour les sites industriels et miniers, souvent marqués par des contaminations mixtes associant métaux lourds, hydrocarbures, solvants organiques et autres polluants émergents. Les synthèses récentes montrent ainsi que la phytoremédiation moderne tend à s'orienter vers des stratégies assistées, hybrides et davantage contextualisées, mieux adaptées à la complexité chimique des milieux contaminés et aux contraintes de terrain (Tamma *et al*., 2025 ; Acharya *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

Par ailleurs, l'intérêt croissant pour les plantes à forte biomasse telles que les *Salix spp*., les *Populus spp*., les graminées pérennes et certaines macrophytes ne repose plus seulement sur leur tolérance aux polluants, mais aussi sur leur intégration potentielle dans des approches de phytomanagement, où la réduction du risque environnemental, la restauration écologique et parfois la valorisation contrôlée de la biomasse sont envisagées simultanément. Les travaux récents insistent toute fois sur le fait que ces avancées techniques ne suppriment pas les limites structurelles de la phytoremédiation, notamment la lenteur du procédé, la variabilité des performances selon le site et la question critique du devenir de la biomasse contaminée (Acharya *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

10.1. Génie génétique et amélioration des plantes

Le développement du génie génétique et des approches moléculaires appliquées à la phytoremédiation constitue l'un des domaines les plus dynamiques de ces dernières années. Les

revues récentes montrent que l'amélioration des plantes peut viser plusieurs objectifs complémentaires : augmenter la tolérance au stress induit par les polluants, améliorer l'absorption ou la translocation des métaux, renforcer les voies de détoxification intracellulaire, ou encore stimuler la dégradation enzymatique de certains composés organiques. Dans cette perspective, les gènes impliqués dans le transport membranaire, la synthèse des phytochélatines, les métallothionéines, la signalisation du stress oxydatif et les enzymes de biotransformation suscitent un intérêt particulier (Acharya *et al*., 2025 ; Bhat *et al*., 2025).

Les analyses récentes soulignent cependant que la transposition de ces innovations au terrain reste limitée. Les plantes génétiquement améliorées montrent souvent des performances prometteuses en conditions contrôlées, mais leur déploiement en conditions réelles se heurte encore à des contraintes réglementaires, écologiques et sociétales. Il ne suffit donc pas d'augmenter artificiellement la capacité d'accumulation ou de dégradation ; il faut aussi garantir la stabilité phénotypique, la sécurité environnementale, l'acceptabilité réglementaire et la pertinence agronomique de ces modifications. En ce sens, les outils de biologie moléculaire apparaissent moins comme une solution immédiate que comme un levier stratégique pour affiner les futurs systèmes de phytoremédiation de précision (Acharya *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

10.2. Utilisation des microorganismes associés aux plantes

L'un des progrès les plus significatifs de la phytoremédiation contemporaine réside dans la reconnaissance du rôle central des microorganismes associés aux plantes, en particulier ceux de la rhizosphère. Les bactéries promotrices de croissance végétale (PGPR), les champignons mycorhiziens et les consortiums microbiens spécialisés peuvent améliorer la disponibilité ou, au contraire, l'immobilisation des contaminants, stimuler la croissance végétale sous stress, moduler les réponses antioxydantes et accroître la tolérance globale des plantes aux environnements pollués. Les revues publiées en 2024 et 2025 confirment que les interactions plante–microbiome constituent désormais un axe majeur d'optimisation de la phytoremédiation des métaux lourds (Qin *et al*., 2024 ; Khatoon *et al*., 2024 ; Kaushal *et al*., 2025).

Cette évolution est particulièrement importante, car elle déplace l'attention d'une vision centrée sur la plante vers une logique de système sol–plante–microbiome. Les microorganismes peuvent produire des sidérophores, des acides organiques, des exo polysaccharides et diverses substances bioactives capables d'influencer directement la mobilité des métaux, la nutrition minérale et la résistance au stress. Toutefois, les résultats restent fortement dépendants du

contexte pédoclimatique, des espèces végétales, de la chimie du sol et de la stabilité des inoculant. Les travaux les plus récents appellent donc à dépasser les approches ponctuelles d'inoculation pour développer des consortiums microbiens plus robustes, mieux adaptés aux conditions de terrain et évalués sur le long terme (Khatoon *et al*., 2024 ; Sahoo *et al*., 2024 ;Kaushal *et al*., 2025 ;).

10.3. Phytoremédiation des polluants émergents

La phytoremédiation des polluants émergents, notamment des résidus pharmaceutiques, des produits de soin personnel et de certains perturbateurs endocriniens, représente aujourd'hui un champ de recherche en forte expansion. Contrairement aux métaux lourds, ces contaminants posent un défi particulier en raison de leur diversité structurale, de leur présence à faibles concentrations mais en mélange, de leurs produits de transformation parfois actifs, et de leur persistance dans les systèmes aquatiques. Les méta-analyses et revues récentes indiquent que les systèmes végétalisés, notamment les zones humides construites et les dispositifs basés sur des macrophytes comme Phragmites australis, peuvent contribuer de façon significative à l'élimination de certains composés pharmaceutiques, en combinant adsorption, transformation microbienne, photodégradation et phytoremédiation proprement dite (Steele *et al*., 2025 ; Saz *et al*., 2024).

Néanmoins, les données récentes rappellent que l'efficacité observée dépend fortement du composé ciblé, du temps de séjour, du type de système, du climat et de la structure microbienne associée. La phytoremédiation des polluants émergents ne peut donc pas être généralisée à partir de quelques molécules modèles. Elle nécessite au contraire des approches plus fines, prenant en compte les mélanges de contaminants, les voies de transformation et les risques liés aux métabolites intermédiaires. Dans cette perspective, la recherche évolue vers des systèmes hybrides où la plante n'est qu'un composant d'un réseau d'élimination plus complexe (Steele *et al*., 2025).

11. Limites et défis de la phytoremédiation

Malgré ses avantages écologiques, économiques et paysagers, la phytoremédiation reste confrontée à plusieurs limites structurelles qui freinent son déploiement à grande échelle. La première tient à la lenteur intrinsèque du procédé. La réduction des concentrations polluantes dépend de la croissance végétale, de la saisonnalité, du temps de résidence et de la biodisponibilité des contaminants, ce qui rend le procédé souvent plus lent que les technologies

physicochimiques conventionnelles. Les revues récentes rappellent ainsi que la phytoremédiation est rarement adaptée aux contextes où une dépollution rapide est exigée, notamment sur les sites fortement contaminés ou à haut niveau de risque immédiat (Tamma *et al*., 2025 ; Acharya *et al*., 2025).

Une deuxième limite majeure concerne la forte dépendance aux conditions du milieu. Le pH, la texture du sol, la teneur en matière organique, la température, le régime hydrique, la salinité, la nature chimique du polluant et sa disponibilité réelle contrôlent largement les performances observées. Cela explique pourquoi les résultats obtenus en conditions contrôlées sont souvent difficiles à reproduire sur le terrain. Les travaux récents insistent sur la nécessité d'évaluations à l'échelle du site et d'une conception beaucoup plus contextualisée des stratégies phytoremédiatrices (Islam *et al*., 2024 ; Mahmud *et al*., 2026).

La gestion de la biomasse contaminée demeure également un défi central. Dans les approches de phytoextraction ou de rhizofiltration, la récolte transfère les polluants du milieu vers la biomasse végétale sans résoudre automatiquement la question de leur élimination finale. Les options de traitement doivent être choisies avec prudence pour éviter les transferts secondaires de pollution. Les synthèses récentes présentent cette étape comme l'un des principaux verrous technico-économiques de la filière (Tamma *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026 ;).

Les contaminations constituent un défi particulièrement complexe. La présence simultanée de métaux, d'hydrocarbures, de microplastiques ou de contaminants émergents modifie les réponses physiologiques des plantes, les équilibres microbiens et les voies de transfert, rendant les mécanismes classiques moins prédictibles. Cette réalité explique pourquoi la phytoremédiation actuelle tend à évoluer d'une logique de dépollution unique vers une logique de gestion intégrée du risque environnemental (Tamma et al., 2025 Mahmud *et al*., 2026).

12. Perspectives futures

Les perspectives futures de la phytoremédiation reposent sur une convergence croissante entre écophysiologie végétale, ingénierie microbienne, sciences des matériaux et outils moléculaires. À moyen terme, les recherches devraient se concentrer sur la sélection raisonnée de plantes à forte biomasse ou hyperaccumulatrices, l'optimisation des consortiums microbiens rhizosphériques, le recours à des amendements fonctionnels et le développement de systèmes

hybrides combinant phytoremédiation, bioremédiation microbienne et procédés physicochimiques ciblés (Tamma *et al*., 2025 ; Acharya *et al*., 2025).

L'un des axes les plus prometteurs concerne la nano phytoremédiation, c'est-à-dire l'intégration contrôlée de nanomatériaux ou de formulations nanostructures pour améliorer la disponibilité, la capture ou la transformation des contaminants. Les revues récentes montrent que cette approche peut accroître l'efficacité de la phytoremédiation pour les métaux lourds, les pesticides et certains contaminants émergents, tout en soulignant que les bénéfices attendus doivent être mis en balance avec les risques potentiels associés à l'introduction de nanoparticules dans l'environnement (Gomes *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

Un autre axe stratégique est l'essor progressif de la biologie synthétique et des approches de conception moléculaire. À terme, ces outils pourraient permettre de mieux contrôler les réseaux de transport, les voies de détoxification et les interactions avec le microbiome, ouvrant la voie à des systèmes de phytoremédiation plus précis, plus stables et mieux adaptés à des polluants spécifiques. Toutefois, les publications récentes restent prudentes : ces approches sont prometteuses, mais leur traduction opérationnelle dépendra de validations robustes, de cadres réglementaires clairs et d'une évaluation rigoureuse de leur sécurité environnementale (Acharya *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

Dans les dix prochaines années, la phytoremédiation pourrait ainsi évoluer d'une technologie perçue comme lente et contextuelle vers une plateforme de gestion écologique intégrée des sites contaminés, combinant réduction du risque, restauration fonctionnelle, végétalisation durable et, dans certains cas, valorisation maîtrisée de la biomasse. Son avenir dépendra moins d'une promesse de dépollution universelle que de sa capacité à s'insérer intelligemment dans des stratégies locales, hybrides et scientifiquement pilotées de réhabilitation environnementale (Tamma *et al*., 2025 ; Gomes *et al*., 2025 ; Mahmud *et al*., 2026).

Chapitre III — Impact de l’irrigation par eaux usées traitées sur la qualité physicochimique, nutritionnelle, bioactive et microbiologique du jus d’orange en conditions semi-arides

1. Introduction

La réutilisation des eaux usées traitées (EUT) s'impose désormais comme une composante majeure des stratégies d'adaptation à la raréfaction des ressources hydriques, en particulier dans les régions méditerranéennes et semi-arides où l'irrigation conditionne fortement la durabilité des productions fruitières. Au-delà de la simple substitution des eaux conventionnelles, les EUT s'inscrivent dans une logique d'économie circulaire, en assurant un apport hydrique relativement stable et en fournissant des nutriments résiduels susceptibles de réduire partiellement le recours aux fertilisants minéraux. Les analyses récentes montrent toutefois que les bénéfices agronomiques et environnementaux de cette pratique dépendent étroitement de la qualité de l'eau réutilisée, de la maîtrise de la salinité et d'un encadrement rigoureux des risques sanitaires et éco toxicologiques associés à son usage agricole (Malinauskaite *et al*., 2024 ; Obijianya *et al*., 2025).

Dans le cas des agrumes, la problématique ne se limite pas au maintien du rendement, mais concerne directement la qualité chimique et nutritionnelle du fruit et de ses dérivés. Le jus d'orange constitue en effet une matrice complexe, dont la valeur nutritionnelle et fonctionnelle repose sur l'équilibre entre sucres solubles, acides organiques, vitamine C, flavanones, composés phénoliques, caroténoïdes et éléments minéraux. Les travaux récents confirment que les jus d'agrumes demeurent des sources importantes de vitamine C et de flavonoïdes, tout en montrant que leur composition physicochimique et bioactive varie sensiblement selon l'espèce, le génotype, les conditions pédoclimatiques, les pratiques culturales et les modalités post-récolte ou de transformation (Salar *et al*., 2024 ; Karki *et al*., 2024 ; Dhuique-Mayer & Servent, 2025).

Dans cette perspective, la qualité de l'eau d'irrigation apparaît comme un déterminant amont susceptible d'influencer la composition finale du fruit. Les EUT pu améliorer la disponibilité de certains éléments nutritifs dans le sol et contribuer au maintien, voire à l'amélioration, de certains attributs de qualité ; cependant, leur utilisation prolongée peut également accroître la conductivité électrique, favoriser l'accumulation de sodium, de chlorures, de bore ou d'éléments traces, et modifier les équilibres nutritionnels et métaboliques de la plante. Des études récentes conduites sur des cultures fruitières et horticoles ont mis en évidence des réponses contrastées, allant d'une amélioration de certains paramètres de qualité jusqu'à l'apparition de contraintes liées à la salinité, à la contamination microbiologique ou à l'augmentation de certains contaminants lorsque le traitement de l'eau ou le pilotage

agronomique restent insuffisants (Al-Karablieh *et al*., 2024 ; Santamaría Ortega *et al*., 2025 ; Perulli *et al*., 2026).

À ces effets sur la qualité agronomique et technologique du fruit s'ajoutent des enjeux majeurs de sécurité alimentaire. Les synthèses les plus récentes soulignent que les eaux réutilisées peuvent contenir, à des niveaux variables, des contaminants émergents, des métaux traces, ainsi que des bactéries résistantes aux antibiotiques ou des gènes de résistance, dont le devenir dans le continuum eau-sol-plante dépend du niveau de traitement, du type de culture, du mode d'irrigation et des propriétés physicochimiques des contaminants. Même lorsque les risques pour le consommateur restent globalement faibles dans les scénarios bien maîtrisés, leur évaluation demeure essentielle pour les fruits destinés à la consommation directe ou à la transformation en jus, où la qualité nutritionnelle doit être interprétée conjointement avec l'innocuité du produit final (Yakamercan *et al*., 2025 ; Gomes *et al*., 2026).

Malgré l'intérêt croissant pour la réutilisation des eaux usées traitées en agriculture, les données demeurent encore fragmentaires pour les agrumes, et plus spécifiquement pour la composition du jus d'orange en conditions méditerranéennes. À notre connaissance, peu d'études récentes ont abordé de manière intégrée l'effet du type d'eau d'irrigation sur les caractéristiques physicochimiques, la qualité nutritionnelle, les composés bioactifs et les indicateurs de sécurité chimique du jus d'orange. Or, une telle approche est indispensable pour déterminer si les avantages hydriques et fertilisants associés aux EUT s'accompagnent d'une préservation, d'une amélioration ou, au contraire, d'une altération de la qualité alimentaire du produit fini. Cette question est particulièrement importante dans les régions à stress hydrique élevé, où la sécurisation de la ressource en eau ne peut être dissociée de l'exigence croissante de qualité et de sécurité des aliments.

2. Objectif

Dans ce contexte, la présente étude vise à comparer des oranges issues d'une irrigation conventionnelle par eau de puits et d'une irrigation par eaux usées traitées, afin d'évaluer l'effet du mode d'irrigation sur la qualité physicochimique, nutritionnelle et potentiellement sanitaire du fruit et du jus. Plus précisément, l'objectif est d'examiner dans quelle mesure l'utilisation des eaux usées traitées influence les paramètres de qualité du jus d'orange, notamment les caractéristiques physicochimiques, les constituants d'intérêt nutritionnel et bioactif, ainsi que les éventuels marqueurs de contamination minérale, dans une perspective intégrée de durabilité agricole et de qualité alimentaire.

3. Zone d'étude

L'étude a été réalisée à partir des effluents traités provenant de la station d'épuration par lagunage naturel d'Al Merdja, localisée dans la commune de Bouguirat, wilaya de Mostaganem, au nord-ouest de l'Algérie (36°07'N, 0°21'E). Implantée dans un contexte semi-aride caractérisé par une disponibilité hydrique limitée, une forte irrégularité pluviométrique et une pression croissante sur les ressources en eau conventionnelles, cette station s'inscrit dans une dynamique de valorisation des ressources hydriques non conventionnelles. Mise en service le 13 août 2012, elle constitue une infrastructure d'intérêt régional pour le traitement des eaux usées et leur réutilisation potentielle en agriculture, en particulier dans les zones où les besoins en irrigation sont élevés et où la sécurisation de l'eau représente un enjeu agronomique et environnemental majeur.

La station d'Al Merdja présente une capacité nominale de traitement d'environ 18 000 équivalents-habitants, correspondant à la charge organique générée par la population desservie. Le débit moyen journalier traité est de l'ordre de 2 600 m^3/j, ce qui reflète une activité régulière et un fonctionnement adapté aux besoins locaux en assainissement. Le procédé de traitement repose sur un système de lagunage naturel, technologie extensive particulièrement appropriée aux conditions climatiques des régions chaudes, en raison de sa simplicité de fonctionnement, de ses faibles exigences énergétiques et de ses coûts d'exploitation relativement réduits.

Le de traitement comprend une succession de bassins fonctionnant en série, assurant une épuration progressive des effluents. Dans un premier temps, les eaux usées transitent par des ouvrages de décantation primaire permettant l'élimination d'une fraction importante des matières en suspension et des particules les plus grossières. Elles sont ensuite dirigées vers des lagunes facultatives, au sein desquelles se déroulent simultanément des processus biologiques aérobies en surface et anaérobies dans les couches plus profondes, conduisant à la dégradation de la matière organique dissoute et particulaire. Enfin, les lagunes de maturation assurent la phase finale d'affinage du traitement, en contribuant à la réduction de la charge microbiologique, à la stabilisation de l'effluent et à l'amélioration de plusieurs paramètres physico-chimiques avant son rejet ou sa valorisation éventuelle à des fins agricoles.

Le fonctionnement de ce système repose sur l'interaction de mécanismes naturels complémentaires, notamment l'activité microbienne, la sédimentation gravitaire, l'action du rayonnement solaire et la photosynthèse algale, qui participent conjointement à l'épuration de l'eau. Dans les environnements semi-arides, ce type de procédé présente un intérêt particulier

en raison de sa robustesse opérationnelle et de son adaptation aux contraintes locales, ce qui en fait une option pertinente pour la production d'eaux usées traitées potentiellement mobilisables en irrigation. Ainsi, la station d'Al Merdja constitue un site d'étude particulièrement approprié pour évaluer la qualité agronomique, physico-chimique et sanitaire des effluents traités destinés à une éventuelle réutilisation dans les systèmes arboricoles de la région.

Tableau 3.Répartition des systèmes d'épuration sur le territoire de la wilaya (DRE de la wilaya de Mostaganem, 2018).

LE VOLUME GLOBAL DES EAUX USÉES DE LA WILAYA EST DE 110 000 M3/J						
STATIONS D'EPURATION EN EXPLOITATION						
COMMUNE	**STATIONS**	**CAPACITE EQ/HAB**	**STATIONS**	**VOLUME EPURE M3/J**	**SUPERFICIE A ETRE IRRICUEE HEC**	**ETAT**
AIN NOUISSY	STATION DE LAGUNAGE AIN NOUISSY ET BENI YAHI	36 000	AERE	5 200	100	Gérée par l'ONA Depuis le 04.01.2012
BOUGUIRAT	STATION DE LAGUNAGE DE BOUGUIRAT	18 000	NATUREL	2 600	120	Gérée par l'ONA Depuis le 18.07.2012
MESRA	STATION DE LAGUNAGE DE MESRA	18 000	AERE	2 600	120	Gérée par l'ONA Depuis le 02.12.2013
HADJADJ	STATION DE LAGUNAGE DE HADJADJ	18 000	AERE	2 600	100	Gérée par l'ONA Depuis le 18.03.2013
PLUS DE 17 000 M3/JOURS DES EAUX USEES EPUREES VIA LES CINQ STATION DE LAGUNAGE SOIT UN TAUX D'EPURATION DE 16 % DU VOLUME D'EAU REJETES						
STATIONS D'EPURATION EN COURS DE RÉALISATION						
SIDI LAKHDAR	STATION D'EPURATION DE SIDI LAKHDAR	35 000	BOUES ACTIVEES A MOYENNE CHARGE	5 600	220	Mise en service Mars 2016
KHADRA	STATION D'EPURATION DE KHADRA	30 000	BOUES ACTIVEES A MOYENNE CHARGE	4 300	50	Mise en service Janvier 2016
LE VOLUME DES EAUX USÉES ÉPURÉES ATTEINDRA LES 26 900 M3/J, SOIT UN TAUX DE 25 % APRÈS LA MISE EN SERVICE DES DEUX STEP 1ER TRIMESTRE 2016						
MOSTAGANEM	STATION D'EPURATION DE MOSTAGANEM	350 000	BOUES ACTIVEES A MOYENNE CHARGE	50 000	850	Travaux en cours Date mise en service Juillet2016

4. Analyses physico-chimiques des eaux de la région de Bouguirat

4.1. Détermination du pH

Le pH des échantillons d'eau a été mesuré par méthode potentiométrique à l'aide d'un pH-mètre préalablement étalonné. Avant chaque mesure, le bécher et l'électrode ont été rincés à l'eau distillée puis avec une fraction de l'échantillon afin d'éviter toute contamination croisée. L'électrode a ensuite été immergée dans l'échantillon sous agitation douce, et la valeur du pH a été relevée après stabilisation de la lecture (Fahmi *et al*., 2026). Le recours à un pH-mètre calibré pour ce type d'analyse est également rapporté dans d'autres travaux récents sur les eaux usées (Prajapati *et al*., 2024).

4.2. Détermination de la demande biologique en oxygène (DBO_5)

La demande biologique en oxygène sur cinq jours (DBO_5) a été déterminée selon le principe de la consommation de l'oxygène dissous par les microorganismes au cours de la dégradation de la matière organique biodégradable contenue dans l'échantillon. Les échantillons, préalablement dilués dans une eau de dilution oxygénée et ensemencée, ont été incubés pendant cinq jours à 20 ± 1 °C dans l'obscurité. La DBO_5 a ensuite été calculée à partir de la différence entre la teneur initiale et finale en oxygène dissous, en tenant compte du facteur de dilution (Romanovski et al., 2025 ; Nam et al., 2025).

4.3. Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)

La demande chimique en oxygène (DCO) a été déterminée par oxydation de la matière organique en milieu fortement acide en présence de dichromate de potassium. L'échantillon a été soumis à une digestion thermique, puis l'excès de dichromate a été dosé par titrage à l'aide d'une solution de sulfate de fer et d'ammonium en présence de ferroïne. Cette approche repose sur la méthode classique au dichromate, toujours largement utilisée pour l'évaluation de la charge organique oxydable dans les eaux usées (Karimi *et al*., 2025 ; Setiawati *et al*., 2025). Pour les matrices à forte salinité, l'importance de contrôler les interférences, notamment chlorures, a également été soulignée (Vyrides & Stuckey, 2009 ; Gutiérrez González *et al*., 2025).

4.4. Mesure des matières en suspension (MES)

Les matières en suspension (MES) ont été déterminées par méthode gravimétrique après filtration d'un volume connu d'échantillon, suivie du séchage du résidu retenu sur le filtre et de sa pesée. Le filtre a d'abord été séché et pesé afin de déterminer sa masse initiale, puis il a été utilisé pour la filtration de l'échantillon homogénéisé. Après filtration, le filtre a été de nouveau

séché à 103–105 °C jusqu'à masse constante, puis repesé. La concentration en MES a été calculée à partir de la différence de masse rapportée au volume filtré (Brochado *et al*., 2024 ; Ghonimy *et al*., 2025).

5. Analyses microbiologiques des eaux de la région de Bouguirat

L'utilisation agricole d'eaux usées traitées peut constituer une source potentielle de contamination microbiologique des sols, des cultures irriguées et, indirectement, de la chaîne alimentaire. Dans ce contexte, l'évaluation microbiologique des eaux analysées est indispensable pour apprécier leur qualité sanitaire et leur compatibilité avec un usage en irrigation. Les analyses réalisées ont porté sur le dénombrement des coliformes totaux et des coliformes fécaux, ainsi que sur la recherche de *Salmonella*, ces microorganismes étant largement utilisés comme indicateurs de contamination d'origine fécale et de risque sanitaire dans les matrices hydriques et les eaux usées traitées. Des travaux récents sur les eaux résiduaires méditerranéennes et sur la surveillance microbiologique des eaux ont confirmé la pertinence de ces groupes microbiens pour l'appréciation de la qualité hygiénique des effluents destinés à une éventuelle réutilisation agricole (Hassen *et al*., 2022 ; Reyes *et al*., 2025).

Le dénombrement des coliformes totaux a été réalisé par la méthode de filtration sur membrane. Après homogénéisation de l'échantillon, une membrane filtrante stérile a été déposée aseptiquement sur le support de filtration à l'aide d'une pince stérilisée, puis un volume de 100 ml d'échantillon a été filtré sous vide. La membrane a ensuite été transférée sur une gélose sélective TTC–tergitol, puis les boîtes ont été incubées en position inversée à 37 ± 0,5 °C pendant 24 h. À l'issue de l'incubation, les colonies caractéristiques ont été dénombrées. Cette approche par filtration sur membrane sur milieu sélectif demeure l'une des méthodes culturales les plus utilisées pour la mise en évidence des bactéries indicatrices dans les eaux, notamment dans les études récentes portant sur la qualité microbiologique des eaux usées et des eaux environnementales (Hassen *et al*., 2022 ; Bouimouass *et al*., 2026).

Une étape de confirmation a ensuite été effectuée à partir d'une colonie typique bien isolée, prélevée sur la gélose puis ensemencée dans un bouillon VBL. Après incubation à 35 ± 0,5 °C pendant 18 à 24 h, la présence simultanée d'une turbidité du milieu et d'une production de gaz dans la cloche de Durham a été interprétée comme une réaction positive. Les résultats ont été exprimés en unités formant colonies par 100 mL (UFC/100 mL). Les colonies typiques observées sur gélose TTC–tergitol présentaient généralement un aspect vert métallique couvrant toute la colonie ou limité à son centre, avec parfois une auréole rouge périphérique.

Cette logique de confirmation culturale reste cohérente avec les approches conventionnelles utilisées pour sécuriser l'identification présomptive des coliformes dans les matrices hydriques (Hassen *et al*., 2022).

Le dénombrement des coliformes fécaux a également été effectué par filtration sur membrane, selon un protocole similaire, mais avec des conditions d'incubation adaptées à la sélection des bactéries thermotolérantes. Après stérilisation des entonnoirs et des supports de filtration, une membrane stérile a été placée sur le support, puis 100 mL d'échantillon ont été filtrés sous vide. La membrane a ensuite été déposée sur une gélose TTC–tergitol, et les boîtes ont été incubées en position inversée à 44 ± 0,5 °C pendant 24 h. Après incubation, les colonies caractéristiques ont été dénombrées. L'utilisation d'une incubation à température élevée pour cibler les coliformes thermotolérants s'inscrit dans les approches de surveillance microbiologique appliquées aux eaux usées et aux eaux de surface exposées à une contamination fécale (Hassen *et al*., 2022 ; Murphy *et al*., 2024).

Pour la confirmation, une colonie bien isolée a été repiquée dans un bouillon de Schubert. En cas de turbidité accompagnée d'une production de gaz, l'ajout du réactif de Kovacs a permis de confirmer la réaction. L'apparition d'un anneau rouge en surface a été considérée comme un résultat positif, tandis que l'absence de coloration caractéristique a été interprétée comme un résultat négatif. Les résultats ont été exprimés en UFC/100 mL, et les colonies suspectes se présentaient généralement sous forme de colonies jaunes sur le milieu utilisé. Cette stratégie de confirmation biochimique reste compatible avec les approches culturales classiques destinées à renforcer la spécificité de l'identification des coliformes d'origine fécale dans les eaux (Hassen *et al*., 2022).

La recherche de *Salmonella* a été réalisée selon une approche culturale conventionnelle en deux étapes successives, comprenant une phase d'enrichissement suivie d'un isolement sur milieu sélectif. Dans un premier temps, 1 mL de chaque dilution d'eau a été inoculé dans des tubes contenant un bouillon S.F.B., puis incubé à 37 °C pendant 24 h après homogénéisation. Les tubes présentant une turbidité ont été considérés comme positifs et retenus pour l'isolement. Dans un second temps, un repiquage a été effectué par stries serrées sur gélose Salmonella–Shigella (S.S.), suivie d'une incubation à 37 °C pendant 24 h. La présence de *Salmonella* a été suspectée sur la base de colonies incolores à centre noir, caractéristiques d'une production de sulfure d'hydrogène. Les résultats ont été exprimés sous forme qualitative : présence ou absence de *Salmonella* dans l'échantillon analysé. Les méthodes culturales avec enrichissement et isolement sur milieux sélectifs restent les approches de référence les plus largement utilisées

pour la détection conventionnelle de *Salmonella*, malgré le développement récent de méthodes moléculaires plus rapides (Neyaz *et al*., 2024 ; Liu *et al*., 2025 ; Ipeleng *et al*., 2025).

6. Métaux lourds

La teneur en métaux lourds des échantillons d'eau a été déterminée par spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS) à l'aide d'un appareil Agilent 8000. Cette technique a été retenue en raison de sa très grande sensibilité, de ses faibles limites de détection, de sa large gamme linéaire et de sa capacité à réaliser une analyse multi élémentaire simultanée, ce qui la rend particulièrement adaptée au dosage des éléments traces métalliques dans les eaux naturelles, usées et traitées. Des travaux récents confirment que l'ICP-MS constitue aujourd'hui l'une des approches analytiques les plus performantes pour la surveillance des métaux lourds dans les matrices aqueuses, notamment pour des éléments tels que Cd, Pb, Ni, Cr, Cu et Zn.

Avant analyse, les échantillons ont été collectés dans des flacons en polyéthylène préalablement décontaminés, puis conservés à 4 °C jusqu'au dosage. Après préparation, les solutions ont été introduites dans le plasma d'argon par nébulisation, où les éléments ont été ionisés à haute température, puis séparés selon leur rapport masse/charge avant quantification. L'étalonnage a été réalisé à l'aide de solutions standards multi élémentaires, avec emploi de blancs analytiques, de répétitions et de standards internes afin de corriger les dérives instrumentales et de limiter les effets de matrice. Lorsque cela est nécessaire, l'utilisation d'un mode cellule de collision permet également de réduire les interférences polyatomiques et d'améliorer l'exactitude de la mesure dans les matrices environnementales complexes. Les concentrations finales ont été exprimées en µg/L ou en mg/L selon les teneurs mesurées et les facteurs de dilution appliqués.

7.Analyses statistiques

Les données ont été analysées statistiquement à l'aide du logiciel R (version 4.5.3). Les résultats sont exprimés en moyenne ± écart-type, et les comparaisons entre groupes ont été réalisées par une analyse de variance à un seul facteur (one-way ANOVA), après vérification des conditions de normalité et d'homogénéité des variances. Les corrélations entre variables ont également été examinées sous R. Les représentations graphiques ont été réalisées avec GraphPad Prism (version 11.0.0).

8. Matériel végétal et échantillonnage

L'expérimentation a été réalisée dans un verger d'orangers (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck), variété Thomson, situé dans la commune de Bouguirat, wilaya de Mostaganem, Algérie (36°07′ N, 0°21′ E). Le site, localisé à environ 25 km du littoral méditerranéen, appartient à une zone à climat méditerranéen semi-aride, caractérisée par des étés chauds et secs et des hivers relativement doux. Les températures estivales moyennes varient généralement entre 28 et 35 °C, avec des maxima pouvant dépasser 40 °C lors des épisodes de forte chaleur, tandis que les températures hivernales se situent le plus souvent entre 12 et 18 °C. La pluviométrie annuelle est estimée entre 350 et 450 mm, principalement concentrée entre novembre et mars. L'ensoleillement annuel dépasse 2 800 h, et l'humidité relative moyenne fluctue entre 55 et 75 %.

8.1. Matériel végétal et conduite culturale

Les arbres retenus pour l'étude étaient âgés d'environ 10 ans et présentaient une homogénéité satisfaisante en termes de vigueur, de développement végétatif et de charge fructifère. Ils étaient conduits en gobelet et soumis à une taille annuelle d'entretien afin de maintenir un équilibre entre croissance végétative et production, tout en favorisant l'aération de la frondaison et la pénétration de la lumière. La densité de plantation était de 400 arbres/ha, correspondant à un espacement de 5 m × 5 m.

La fertilisation était appliquée selon les pratiques culturales locales, avec des apports fractionnés d'azote d'environ 200 kg N/ha/an, complétés par des apports de phosphore et de potassium estimés respectivement à 60 kg P_2O_5/ha/an et 180 kg K_2O/ha/an. La protection phytosanitaire reposait sur des traitements préventifs raisonnées, principalement dirigés contre les pucerons et la mineuse des agrumes, dans l'objectif de limiter la pression parasitaire sans recours excessif aux pesticides.

8.2. Modalités d'irrigation

Deux modalités d'irrigation ont été comparées :

- **Eaux usées traitées (EUT)** : effluents issus de la station de lagunage naturel d'Al Merdja, acheminés vers les vergers par une canalisation secondaire.
- **Eau de puits** : eau conventionnelle pompée dans la nappe phréatique locale et utilisée comme témoin.

L'irrigation était réalisée par submersion gravitaire au moyen de rigoles, avec deux à trois apports hebdomadaires durant la période sèche. Chaque arbre recevait en moyenne 80 à 100 L d'eau par apport, soit une dotation hydrique hebdomadaire approximative de 200 à 250 L/arbre, ajustée selon les conditions climatiques et les besoins de la culture. La durée de chaque irrigation variait de 1,5 à 2 h, permettant une infiltration estimée entre 40 et 60 cm de profondeur, correspondant à la zone active d'absorption racinaire.

9. Échantillonnage

L'échantillonnage a été conçu de manière à assurer une représentativité satisfaisante des fruits récoltés et à limiter au maximum les biais liés à la variabilité intra- et inter-arbres. Cette approche est essentielle dans les études sur la qualité des agrumes, car la position du fruit dans la canopée, son exposition lumineuse et son niveau de maturité peuvent influencer plusieurs paramètres physiques et chimiques, notamment la coloration, les solides solubles, l'acidité et certains composés de qualité (Serna-Escolano *et al*., 2024 ; Devite *et al*., 2025).

9.1. Sélection des arbres

Pour chaque modalité d'irrigation, quinze arbres ont été sélectionnés aléatoirement à l'intérieur de la parcelle, en excluant systématiquement les arbres de bordure afin de minimiser les effets de lisière. La sélection a été effectuée à partir d'une grille de coordonnées prédéfinie, garantissant une répartition homogène des arbres retenus au sein de chaque parcelle expérimentale. L'exclusion des arbres périphériques et le recours à une sélection aléatoire des unités expérimentales sont cohérents avec les recommandations méthodologiques récemment appliquées dans les essais conduits en vergers méditerranéens, où l'objectif est de réduire les interférences liées à l'environnement immédiat et d'améliorer la robustesse des comparaisons entre traitements (Olmos-Ruiz *et al*., 2026).

9.2. Répartition des prélèvements sur chaque arbre

Afin de tenir compte de l'hétérogénéité intra-arbre, dix fruits ont été récoltés par arbre selon un plan d'échantillonnage standardisé. La répartition verticale comprenait trois fruits prélevés dans la partie supérieure de la canopée, quatre dans la zone médiane et trois dans la partie inférieure. La répartition horizontale a été organisée sur les quatre quadrants cardinaux (nord, sud, est et ouest), de manière à intégrer l'effet potentiel de l'exposition solaire et du microclimat sur la qualité des fruits. Enfin, afin de prendre en compte l'effet du gradient lumineux au sein de la frondaison, la moitié des fruits a été prélevée en périphérie, sur des zones

directement exposées à la lumière, et l'autre moitié dans des zones plus internes et moins exposées.

Cette stratégie est scientifiquement justifiée, car plusieurs travaux récents ont montré que la position du fruit dans la canopée influence significativement des attributs de qualité tels que la coloration de l'épicarpe, la teneur en solides solubles, l'acidité et certains paramètres de maturation. Chez les agrumes, des différences mesurables ont été rapportées selon l'étage de canopée et l'orientation des fruits, ce qui rend indispensable une distribution équilibrée des prélèvements pour obtenir un échantillon représentatif de chaque arbre (Serna-Escolano et al., 2024 ; Gümüşel *et al*., 2025 ; Devite *et al*., 2025).

9.3. Taille de l'échantillon et répétitions

Le protocole a conduit à la collecte de 150 fruits par modalité et par campagne, correspondant à 15 arbres × 10 fruits. Dans un premier temps, les fruits de chaque arbre ont été considérés séparément afin de préserver la structure biologique de l'échantillonnage. Dans un second temps, ils ont été regroupés en sous-échantillons composites pour les analyses, aboutissant à trois répétitions biologiques par modalité, chacune constituée de 50 fruits. Cette organisation visait à concilier robustesse statistique, représentativité biologique et faisabilité analytique.

Dans les essais sur arbres fruitiers, l'arbre est généralement considéré comme l'unité expérimentale principale, tandis que les fruits individuels prélevés sur un même arbre constituent des sous-échantillons. Ce principe permet de limiter les risques de pseudo réplication et d'interpréter plus rigoureusement les différences observées entre traitements (Olmos-Ruiz *et al*., 2026).

10. Standardisation temporelle de l'échantillonnage

Les récoltes ont été effectuées mensuellement entre novembre 2022 et janvier 2023, en respectant une fenêtre de maturité homogène définie à partir de l'indice de couleur de l'écorce et du rapport entre les solides solubles totaux et l'acidité titrable (°Brix/acide citrique). Cette standardisation est importante chez les agrumes, car la maturité commerciale et technologique est étroitement liée à l'évolution de la couleur externe ainsi qu'au rapport sucres/acides, ce dernier étant largement utilisé comme indicateur de maturité et de qualité organoleptique du fruit (Villaseñor-Aguilar *et al*., 2024 ; Baviera-Puig *et al*., 2024 ; Singh *et al*., 2025).

Chaque campagne de prélèvement a été réalisée dans la même tranche horaire, entre 8 h et 11 h du matin, afin de réduire les variations liées aux conditions thermiques journalières et aux modifications post-récolte précoces. Une telle standardisation temporelle améliore la comparabilité entre campagnes et limite la part de variabilité non expérimentale, particulièrement dans les études portant sur les caractéristiques physicochimiques et la qualité du jus. Les effets de la date de récolte et du stade de maturité sur les attributs de qualité des agrumes ont d'ailleurs été mis en évidence dans des travaux récents, confirmant la nécessité de contrôler rigoureusement le moment du prélèvement (Serna-Escolano *et al*., 2024 ; Karaoğlan *et al*., 2025).

11. Traitement post-récolte

Immédiatement après la récolte, les fruits ont été manipulés avec des gants stériles en nitrile à usage unique, puis déposés avec précaution dans des caisses plastiques ajourées de qualité alimentaire, préalablement nettoyées, désinfectées et séchées. Chaque caisse a été identifiée par un code alphanumérique intégrant la modalité d'irrigation, la date de prélèvement, le numéro d'arbre et le lot analytique, afin d'assurer une traçabilité complète des échantillons depuis la parcelle jusqu'au laboratoire. La charge maximale par caisse a été limitée à 12–15 kg afin d'éviter l'écrasement des fruits, les microfissures de l'épicarpe et l'élévation locale de température liée au compactage. Le transport a été effectué dans un véhicule climatisé et le temps total d'acheminement entre la récolte et l'arrivée au laboratoire n'a pas dépassé 45 à 60 min. Durant cette phase, la température a été maintenue entre 10 et 15 °C afin de ralentir la respiration, de réduire les pertes hydriques et de limiter les modifications métaboliques post-récolte précoces. Ce choix est cohérent avec les observations de Budiarto *et al*. (2024) et Habibi *et al*. (2025), qui ont souligné l'importance du contrôle rapide de la température pour préserver la qualité physique et biochimique des agrumes. À réception au laboratoire, les fruits ont été laissés en stabilisation thermique pendant 15 à 20 min dans une salle maintenue à 18–20 °C, puis soumis à une inspection visuelle individuelle. Seuls les fruits intacts, exempts de blessures mécaniques, de fissures, de symptômes de déshydratation, de traces de pourriture, d'attaques parasitaires ou de défauts morphologiques apparents ont été retenus. Les fruits présentant une coloration hétérogène marquée, une déformation importante, des nécroses ou des signes de sénescence avancée ont été systématiquement exclus. Après cette phase de tri, les lots conformes ont été répartis aléatoirement entre les différents blocs analytiques. Lorsque la préparation n'était pas immédiate, les fruits étaient maintenus à 4 ± 1 °C pour une durée

maximale de 12 h avant transformation, afin de limiter les variations post-récolte non expérimentales.

12. Préparation du jus

Avant extraction, les fruits sélectionnés ont été lavés à l'eau distillée stérile, puis désinfectés par immersion rapide dans une solution d'éthanol à 70 % pendant 30 s, avant d'être séchés sur papier absorbant stérile sous flux laminaire. Afin de réduire l'hétérogénéité de préparation, les fruits ont ensuite été laissés à température de laboratoire pendant 20 à 30 min avant pressage. Le jus a été extrait à l'aide d'un presse-agrume électrique en acier inoxydable de qualité alimentaire, préalablement désinfecté, puis stérilisé à 121 °C pendant 20 min pour les pièces démontables, avant rinçage à l'eau stérile. Entre deux lots, l'ensemble des surfaces en contact avec l'échantillon a été soigneusement nettoyé et désinfecté pour éviter les contaminations croisées. Chaque série d'extraction a été limitée à un maximum de 20 fruits et réalisée en moins de 10 min par lot afin de réduire l'échauffement mécanique, l'incorporation d'air et l'oxydation des constituants sensibles. Le jus brut a été recueilli dans des béchers stériles, maintenus sur bain réfrigéré ou manipulés rapidement à température ambiante contrôlée de 20 ± 2 °C, puis filtré en trois étapes successives. Une première filtration sur gaze stérile double pli a permis d'éliminer les fibres grossières, suivie d'un passage sur tamis inox de 200 µm afin d'homogénéiser la texture. Pour les analyses microbiologiques, une troisième étape a été réalisée par filtration sous vide sur membrane stérile en PVDF de 0,45 µm. Après filtration, le jus a été homogénéisé doucement pendant 30 à 60 s par agitation lente, sans formation de mousse excessive, puis réparti en aliquotes de 50 ou 100 mL dans des flacons stériles en verre borosilicaté fermés par des bouchons étanches revêtus de téflon. Les flacons ont été remplis à plus de 95 % de leur volume utile afin de minimiser l'espace de tête et de limiter l'exposition à l'oxygène, ce qui est particulièrement important pour la conservation de l'acide ascorbique, des flavanones et des polyphénols. Cette approche est conforme aux recommandations formulées par Salar *et al*. (2024), Karki *et al*. (2024) et Chu *et al*. (2025) pour la préparation et la conservation des jus d'agrumes destinés à des analyses physicochimiques et biochimiques. Les échantillons ont ensuite été immédiatement placés à 4 ± 1 °C et protégés de la lumière par enveloppement dans du papier aluminium. La durée maximale de stockage avant analyse a été limitée à 24 h pour la vitamine C, les polyphénols totaux et l'activité antioxydante, à 48 h pour certaines analyses microbiologiques et à 72 h pour les paramètres plus stables tels que le pH, les solides solubles totaux, l'acidité titrable et les minéraux. Avant analyse, les flacons étaient ramenés à 20 ± 2 °C pendant 10 min puis homogénéisés par 5 à 10 retournements

lents. Les mesures ont été réalisées au minimum en triplicata technique pour chaque répétition biologique.

13. Méthodes d'analyse

13 .1. Détermination du pH

Le pH du jus d'orange a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre numérique calibré, ce paramètre constituant un indicateur essentiel de la qualité physicochimique et de la stabilité des produits alimentaires acides, notamment des jus d'agrumes. Le pH influence directement l'équilibre acido-basique, la stabilité microbiologique ainsi que l'efficacité des agents de conservation (Rahman & Tanver, 2020). Avant chaque série de mesures, l'appareil a été étalonné à l'aide de solutions tampons standards de pH 4,00 et 7,00 à 25 °C. Un volume de 50 ml de jus homogénéisé a été introduit dans un bécher en verre, puis la sonde a été immergée après rinçage à l'eau distillée et séchage. La mesure a été enregistrée après stabilisation du signal (≈ 30–60 s). Toutes les déterminations ont été réalisées en triplicata à température ambiante contrôlée (20 ± 2 °C), conformément aux recommandations analytiques récentes (Zhou *et al*., 2021).

13.2. Détermination de la matière sèche

La teneur en matière sèche a été déterminée par dessiccation gravimétrique, méthode de référence permettant d'évaluer la fraction non aqueuse du jus, indicateur indirect de la concentration en composés dissous. Une aliquote de 10 g de jus a été pesée avec une balance analytique (± 0,001 g) dans un creuset en porcelaine préalablement séché et taré. Les échantillons ont été placés dans une étuve réglée à 105 °C pendant 24 h jusqu'à masse constante, puis refroidis dans un dessiccateur pendant 30 min avant pesée. La matière sèche a été calculée par différence de masse et exprimée en g/100 g de jus frais, selon la méthode AFNOR (1985). Cette approche est largement utilisée pour l'évaluation des matrices liquides alimentaires et reste pertinente dans les études récentes sur les jus de fruits (Nielsen, 2024).

13.3. Détermination des matières minérales

La teneur en matières minérales (cendres totales) a été déterminée par incinération complète de la matière organique. Après dessiccation, les échantillons ont été incinérés dans un four à moufle à 550 °C pendant 4 h jusqu'à obtention d'un résidu minéral blanc-gris homogène. Après refroidissement en dessiccateur, les creusets ont été pesés et la teneur en cendres a été exprimée en g/100 g de matière fraîche. Cette méthode permet d'estimer la fraction minérale

globale du jus, incluant les macro- et microéléments, et reste une référence standard dans les analyses alimentaires (AFNOR, 1985 ; Nielsen, 2024).

13.4. Dosage de la vitamine C

La teneur en vitamine C (acide ascorbique) a été déterminée par titrage iodométrique basé sur une réaction d'oxydoréduction. Le principe repose sur l'oxydation de l'acide ascorbique par un excès connu de diiode (I_2), suivi du titrage du diiode résiduel par une solution standard de thiosulfate de sodium (Nantanga *et al*., 2021). Un volume de 5 mL de jus filtré a été introduit dans un erlenmeyer, puis 10 mL de solution de diiode ont été ajoutés. Après agitation et repos pendant 5 min à l'obscurité, quelques gouttes d'indicateur à l'amidon ont été ajoutées. Le titrage a été effectué avec une solution de thiosulfate jusqu'à disparition de la coloration bleue. Les résultats ont été exprimés en mg d'acide ascorbique/100 mL de jus.

13.5. Dosage des sucres totaux

La teneur en sucres totaux a été déterminée par la méthode colorimétrique phénol–acide sulfurique, basée sur la formation de dérivés furfuraliques en milieu acide, réagissant avec le phénol pour produire un complexe coloré mesurable à 490 nm (Nielsen, 2024 ; Ogura *et al*., 2023). Un volume de 1 mL de jus a été mélangé avec 1 mL de phénol à 5 %, puis 5 mL d'acide sulfurique concentré ont été ajoutés. Après chauffage à 100 °C pendant 15 min et incubation à l'obscurité pendant 30 min, l'absorbance a été mesurée à 490 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible. La quantification a été réalisée à partir d'une courbe d'étalonnage établie avec du glucose, et les résultats ont été exprimés en g équivalents glucose/100 mL de jus.

13.6. Dosage des protéines totales

Les protéines totales ont été quantifiées par la méthode du biuret, fondée sur la formation d'un complexe violet entre les ions Cu^{2+} et les liaisons peptidiques en milieu alcalin (Nielsen, 2024). Le réactif de Gornall a été préparé à partir de sulfate de cuivre, tartrate et hydroxyde de sodium. Une gamme étalon de BSA (2–10 mg) a été utilisée pour l'étalonnage. Les échantillons ont été incubés pendant 30 min à température ambiante à l'obscurité, puis l'absorbance a été mesurée à 540 nm. Les résultats ont été exprimés en mg de protéines/100 ml de jus.

13.7. Dosage des polyphénols totaux

Les polyphénols totaux ont été déterminés par la méthode de Folin–Ciocalteu, basée sur la réduction des complexes phosphomolybdique et phosphotungstique en milieu alcalin

(Raposo *et al*., 2024). Un volume de 1 ml d'extrait a été mélangé à 5 ml de réactif dilué (1/10), suivi de l'ajout de 4 ml de carbonate de sodium (75 g/l). Après incubation pendant 60 min à température ambiante, l'absorbance a été mesurée à 765 nm. Les résultats ont été exprimés en mg équivalents acide gallique (EAG)/100 ml de jus.

13.8. Dosage des flavonoïdes totaux

La teneur en flavonoïdes totaux a été déterminée par la méthode au chlorure d'aluminium ($AlCl_3$), basée sur la formation de complexes colorés avec les flavonoïdes (Nielsen, 2024 ; Rogatsky *et al*., 2025). Un volume de 1 ml d'extrait a été mélangé avec 1 ml de solution d'$AlCl_3$ à 2 %, puis incubé 10 min à température ambiante à l'abri de la lumière. L'absorbance a été mesurée à 430 nm. La quantification a été réalisée à partir d'une courbe d'étalonnage à la rutine, et les résultats ont été exprimés en mg équivalents rutine (ER)/100 ml de jus.

13 .9. Dosage des lipides totaux

Les lipides totaux ont été extraits par la méthode Soxhlet, basée sur une extraction continue par solvant organique. L'échantillon a été placé dans une cartouche en cellulose et soumis à une extraction avec un solvant organique (hexane ou éther de pétrole) pendant 4 h. Le solvant a ensuite été éliminé par évaporation sous vide à l'aide d'un évaporateur rotatif (Rotavapor), puis les lipides ont été séchés et pesés. Les résultats ont été exprimés en g/100 g de matière fraîche (Zhang *et al*., 2018).

La teneur en lipides totaux a été déterminée par extraction continue au Soxhlet, une méthode gravimétrique classique fondée sur la solubilisation exhaustive des composés lipidiques dans un solvant organique volatil. Pour chaque analyse, 10 g d'échantillon d'orange ont été introduits dans une cartouche d'extraction en cellulose. Les ballons d'extraction ont été préalablement séchés, refroidis en dessiccateur puis pesés avec précision afin d'obtenir leur masse initiale (P0). Ensuite, 350 mL d'éther de pétrole ont été ajoutés dans chaque ballon, puis l'appareillage Soxhlet a été monté avec circulation d'eau dans le réfrigérant avant démarrage de l'extraction. La durée d'extraction a été fixée à environ 4 h, de manière à assurer un nombre suffisant de cycles de reflux et une récupération satisfaisante de la fraction lipidique. À l'issue de l'extraction, les cartouches ont été retirées, le solvant a été éliminé, puis les ballons contenant l'extrait lipidique ont été séchés, refroidis et pesés de nouveau afin d'obtenir la masse finale (P1). La teneur en lipides totaux a été calculée selon la formule suivante : Lipides totaux (%) = [(P1 − P0) / 10] × 100, où P1 correspond à la masse du ballon contenant l'extrait et P0 à la

masse du ballon vide. Les résultats ont été exprimés en pourcentage de matière grasse par rapport à la matière fraîche. Cette approche reste largement utilisée pour la quantification gravimétrique des lipides dans les matrices alimentaires (Zhang *et al*., 2018).

13.10. Détermination de l'activité antioxydante par la méthode DPPH

L'activité antioxydante du jus d'orange a été évaluée par la méthode de piégeage du radical libre DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl), largement utilisée pour estimer la capacité des extraits à céder un électron et/ou un atome d'hydrogène. En solution alcoolique, le radical DPPH• présente une coloration violette intense avec un maximum d'absorbance autour de 517 nm. En présence de composés antioxydants, ce radical est réduit en une forme plus stable, ce qui entraîne une diminution de l'absorbance proportionnelle au pouvoir antiradicalaire de l'échantillon (Gülçin & Alwasel, 2023 ; Silva *et al*., 2024). Pour l'analyse, 25 µL de jus ont été introduits dans un tube Eppendorf, puis 975 µL de solution de DPPH ont été ajoutés. Le mélange a été immédiatement homogénéisé, puis incubé pendant 60 min à température ambiante, à l'abri de la lumière. L'absorbance a ensuite été mesurée à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre, contre un contrôle négatif préparé dans les mêmes conditions en remplaçant l'échantillon par de l'éthanol (Rubab *et al*., 2022). Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH a été calculé selon l'équation suivante :

$$\mathbf{PI\ (\%) = [(A0 - A1) / A0] \times 100},$$

A0 représente l'absorbance du contrôle et

A1 celle de l'échantillon après incubation.

13.11. Détermination de l'indice TBARS

L'oxydation lipidique a été estimée par la détermination des substances réactives à l'acide thiobarbiturique (TBARS), méthode spectrophotométrique couramment utilisée pour suivre la formation de produits secondaires de peroxydation, notamment le malondialdéhyde (MDA). Le principe du test repose sur la réaction entre le MDA et l'acide thiobarbiturique (TBA), conduisant à la formation d'un adduit coloré rose mesurable à 532 nm. Il est cependant admis que le TBA peut également réagir avec d'autres dérivés carbonylés issus de l'oxydation lipidique, de sorte que les résultats correspondent plus globalement à des substances réactives au TBA, généralement exprimées en équivalents MDA (Abeyrathne *et al*., 2021 ; Ribourg-Birault & Meynier, 2024). Dans ce protocole, 2,0 mL de jus d'orange ont été mélangés à 16,0 mL de solution de TCA à 5 % (m/v), avec ajout optionnel de 100 µL d'acide ascorbique, puis

homogénéisés à l'aide d'un Ultra-Turrax avant filtration. Ensuite, 2,0 mL du filtrat ont été mélangés à 2,0 mL de solution de TBA dans des tubes fermés, puis incubés au bain-marie à 70 °C pendant 30 min. Après refroidissement rapide, l'absorbance a été mesurée à 532 nm contre un blanc approprié. Les résultats ont été exprimés en mg équivalents MDA·kg^{-1}, soit à partir d'une courbe d'étalonnage, soit en utilisant le coefficient d'extinction molaire de l'adduit TBA-MDA, conformément aux approches méthodologiques récentes (Ribourg-Birault & Meynier, 2024 ; Shafiq *et al*., 2020).

14. Analyses microbiologiques du jus d'orange

L'évaluation microbiologique du jus d'orange a été réalisée afin d'apprécier à la fois sa qualité hygiénique et sa stabilité microbiologique. Dans les jus d'agrumes, la faible valeur de pH limite une partie de la flore bactérienne banale, mais n'exclut ni la survie de microorganismes pathogènes acidotolérants, ni le développement de levures et moisissures, qui représentent les principaux agents d'altération de ces matrices. En conséquence, l'analyse a porté sur le dénombrement de la flore aérobie mésophile totale, des coliformes totaux et thermotolérants, des levures et moisissures, ainsi que sur la recherche de *Salmonella* spp., ces paramètres étant couramment retenus pour juger la qualité microbiologique des jus frais ou peu transformés (Neggazi *et al*., 2024 ; Guimarães *et al*., 2025 ; Margalho *et al*., 2025 ; Bainotti *et al*., 2025).

14.1. Préparation des dilutions décimales

Le jus d'orange a été considéré comme la suspension mère. Après homogénéisation préalable de l'échantillon, des dilutions décimales successives ont été préparées aseptiquement en transférant 1 mL de jus dans 9 mL de diluant stérile TSE, afin d'obtenir les dilutions 10^{-1}, 10^{-2} et 10^{-3}. Chaque transfert a été réalisé à l'aide de matériel stérile neuf, de façon à éviter toute contamination croisée et à garantir la fiabilité du dénombrement. Cette étape conditionne la précision analytique, puisqu'elle permet d'obtenir des charges microbiennes compatibles avec les plages de lecture retenues pour les différents milieux de culture (Organisation internationale de normalisation, 2024).

14.2. Recherche et dénombrement des germes aérobies mésophiles totaux

Le dénombrement des germes aérobies mésophiles totaux a été réalisé par ensemencement en profondeur. À partir des dilutions décimales appropriées, 1 ml de chaque dilution a été transféré aseptiquement dans des boîtes de Pétri stériles préalablement identifiées,

puis environ 15 à 20 ml de gélose TGEA fondue et tempérée à 45 °C ont été ajoutés. Après homogénéisation par mouvements circulaires doux en forme de « 8 », les boîtes ont été laissées à solidifier à température ambiante puis incubées en position inversée à 30 °C pendant 72 h. Après incubation, seules les boîtes présentant un nombre interprétable de colonies ont été retenues pour le calcul, et les résultats ont été exprimés en unités formant colonies par millilitre de jus (UFC/ml), après prise en compte du facteur de dilution. Le dénombrement de cette flore constitue un indicateur global de la charge microbienne viable et de l'hygiène générale de préparation du produit (Organisation internationale de normalisation, 2024 ; Neggazi *et al*., 2024).

14.3. Recherche et dénombrement des coliformes totaux et thermotolérants

Le dénombrement des coliformes a été effectué par ensemencement en profondeur sur gélose VRBL (gélose lactosée biliée au cristal violet et au rouge neutre), à partir des dilutions décimales appropriées. Un volume de 1 mL de chaque dilution a été déposé aseptiquement dans des boîtes de Pétri stériles, puis environ 15 à 20 mL de milieu fondu maintenu à 45 ± 1 °C ont été ajoutés. Après homogénéisation et solidification, une première série de boîtes a été incubée à 37 °C pendant 24 à 48 h pour le dénombrement des coliformes totaux, tandis qu'une seconde série a été incubée à 44 °C pendant 24 à 48 h pour l'estimation des coliformes thermotolérants. Les colonies typiques, de coloration rouge violacé, parfois entourées d'un halo de précipitation biliaire, ont été retenues pour le comptage. Les résultats ont été exprimés en UFC/mL après correction par le facteur de dilution. La présence de coliformes totaux renseigne sur l'hygiène générale du procédé, alors que les coliformes thermotolérants constituent un indicateur plus spécifique d'une contamination d'origine fécale ou d'un défaut marqué de maîtrise sanitaire lors de la manipulation du jus (Organisation internationale de normalisation, 2024 ; Neggazi *et al*., 2024 ; Guimarães *et al*., 2025).

14.4. Recherche et dénombrement des levures et moisissures

Le dénombrement des levures et moisissures a été réalisé sur gélose Sabouraud additionnée de chloramphénicol. Ce groupe microbien a été particulièrement ciblé en raison de sa forte implication dans l'altération des jus d'orange, où les levures et les moisissures acidotolérantes représentent les flores d'altération dominantes. À partir des dilutions décimales appropriées, 1 ml de chaque dilution a été introduit aseptiquement dans des boîtes de Pétri stériles, puis mélangé à 20 ml de milieu fondu tempéré à 45 °C. Après homogénéisation, les boîtes ont été laissées à solidifier puis incubées à 25 °C pendant 3 à 5 jours. À l'issue de

l'incubation, les colonies ont été dénombrées sur les boîtes exploitables, puis les résultats ont été exprimés en UFC/ml après application du facteur de dilution. Le suivi de cette flore est particulièrement pertinent dans les jus d'agrumes, car elle conditionne directement la stabilité commerciale, la durée de conservation et l'apparition d'altérations sensorielles indésirables (Margalho *et al*., 2025 ; Dippong *et al.,* 2025 ; Organisation internationale de normalisation, 2024).

14.5. Recherche et identification de *Salmonella* spp.

La recherche de *Salmonella* spp. a été conduite selon une approche qualitative en trois étapes comprenant un pré-enrichissement non sélectif, un enrichissement sélectif, puis un isolement sur milieu gélosé sélectif. Pour le pré-enrichissement, 25 mL de jus d'orange ont été transférés dans 225 mL d'eau peptonée tamponnée, puis incubés à 37 °C pendant 18 à 24 h. Une aliquote du pré-enrichissement a ensuite été ensemencée dans un bouillon d'enrichissement sélectif à base de sélénite-cystine, puis incubée à 37 °C pendant 18 à 24 h. Après enrichissement, l'isolement a été réalisé par stries de surface sur gélose Hektoen, suivies d'une incubation à 37 °C pendant 24 h. Les colonies suspectes de *Salmonella* spp., apparaissant généralement bleu verdâtre à centre noir en raison de la production de H_2S, ont été considérées comme présomptives et soumises, si nécessaire, à des étapes complémentaires de confirmation. La recherche de *Salmonella* demeure indispensable dans les jus peu transformés, car l'acidité du milieu n'empêche pas totalement la survie de souches acidotolérantes, en particulier lorsque les microorganismes ont subi une adaptation préalable au stress acide (Neggazi *et al*., 2024 ; Bainotti *et al*., 2025).

Expression des résultats Pour l'ensemble des analyses quantitatives, les résultats ont été exprimés en UFC/mL de jus. Le calcul a été effectué à partir des boîtes présentant un nombre de colonies interprétable, en tenant compte de l'inverse de la dilution correspondante. Lorsque plusieurs dilutions étaient exploitables, la valeur finale retenue correspondait à la moyenne arithmétique des dénombrements obtenus. L'interprétation des résultats a été réalisée conformément aux principes généraux de calcul et de lecture admis en microbiologie alimentaire (Organisation internationale de normalisation, 2024**).**

III. Résultats et discussion

1. Analyses physico-chimiques de l'eau de la région de Bouguirat

1. pH

Le pH est un paramètre central dans l'évaluation de la qualité des eaux, car il influence les équilibres chimiques, l'activité microbienne, la solubilité de nombreux éléments minéraux ainsi que la mobilité de certains contaminants. Dans le contexte de la réutilisation agricole des eaux usées traitées, ce paramètre est particulièrement important, puisqu'un pH trop acide ou trop alcalin peut affecter la disponibilité des nutriments, modifier le comportement des éléments traces dans le sol et, à terme, altérer la compatibilité de l'eau avec l'irrigation. Les travaux récents sur la réutilisation des eaux usées en agriculture soulignent ainsi que le pH doit être interprété comme un indicateur de stabilité chimique, mais toujours en relation avec la salinité, la charge organique et la composition minérale globale de l'effluent (Christou *et al*., 2024 ; Ofori *et al*., 2024 ; Ofori *et al*., 2025).

Les résultats obtenus montrent que les valeurs du pH varient entre **7**,11 pour l'eau usée traitée et 7,93 pour l'eau du puits. Ces valeurs traduisent un caractère neutre à légèrement alcalin des eaux analysées. Cette plage de variation reste modérée et suggère une relative stabilité physico-chimique des deux ressources hydriques. Le pH observé pour l'eau usée traitée, très proche de la neutralité, constitue un élément favorable dans la perspective d'une réutilisation agricole, car les effluents présentant un pH voisin de 7 sont généralement considérés comme mieux adaptés aux usages d'irrigation que des eaux fortement acides ou fortement alcalines. Des études récentes sur les eaux usées traitées et leur utilisation en agriculture ont rapporté des profils de pH comparables, généralement situés dans une gamme neutre à légèrement alcaline, compatible avec de nombreux usages agronomiques sous réserve du contrôle simultané des autres paramètres de qualité (Muscarella *et al*., 2024 ; Hajjar *et al*., 2025 ; Benlemlih *et al*., 2025).

La valeur plus élevée enregistrée pour l'eau du puits (7,93) traduit une légère alcalinité, probablement liée à la composition géochimique naturelle de la nappe, notamment à la présence de bicarbonates, de carbonates ou d'autres sels dissous. Toutefois, cette valeur demeure dans une zone généralement acceptable pour les usages agricoles et ne traduit pas, à elle seule, une contrainte majeure. La différence observée entre l'eau du puits et l'eau usée traitée reste relativement faible, ce qui suggère que le traitement appliqué n'a pas induit de dérive marquée

du pH. Cette observation est cohérente avec des travaux récents montrant que, dans de nombreux systèmes de réutilisation, le pH des effluents traités et des sols irrigués reste relativement stable, même lorsque d'autres paramètres comme la conductivité électrique ou certains ions dissous évoluent davantage (Benlemlih *et al*., 2025 ; Perulli *et al*., 2026).

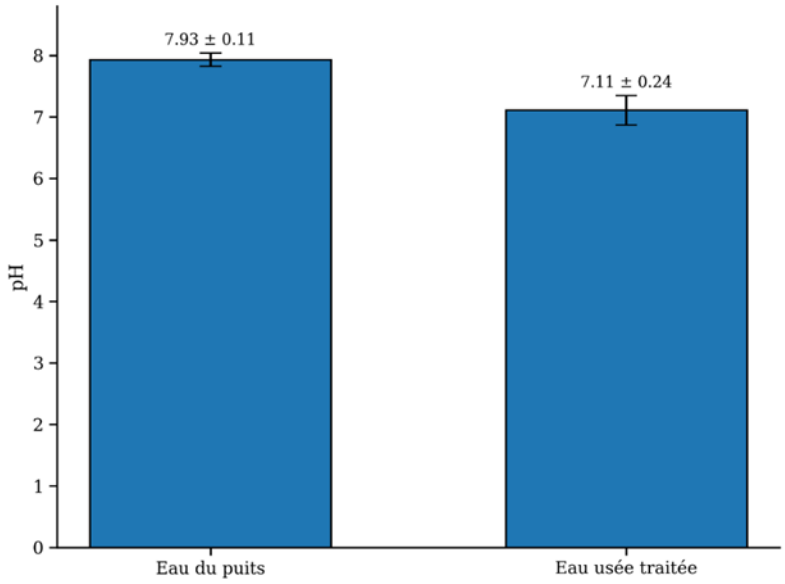

Figure 1.variation de pH des eaux

2. Matières en suspension (MES)

La Figure 2 montre que la concentration en matières en suspension (MES) est plus élevée dans les eaux usées traitées (30.66 mg/l) que dans l'eau de puits (22.33 mg/l). Cette différence indique que, malgré le traitement appliqué, l'effluent épuré conserve une fraction particulaire résiduelle non négligeable. Les MES constituent un indicateur majeur de la qualité des eaux usées traitées, car elles reflètent à la fois l'efficacité des étapes de clarification et la présence de particules susceptibles d'altérer les performances d'usage de l'eau, notamment en irrigation. Dans les systèmes de réutilisation agricole, des teneurs élevées en MES sont généralement associées à une épuration incomplète des solides fins, de la matière organique particulaire ou des flocs biologiques résiduels, ce qui peut réduire la qualité opérationnelle de l'effluent (Christou *et al*., 2024 ; Obijianya *et al*., 2025).

Sur le plan réglementaire, la valeur mesurée dans les eaux usées traitées (30,66 mg/l) apparaît très proche, mais légèrement supérieure, à la limite de 30 mg/L fixée par la réglementation algérienne pour la réutilisation des eaux usées épurées en irrigation. Ce léger

dépassement ne traduit pas nécessairement une défaillance majeure du système de traitement, mais il suggère que la qualité particulaire de l'effluent demeure à la limite de conformité et mérite, de ce fait, une attention particulière. Une telle situation peut résulter d'une efficacité partielle de la décantation ou d'une variabilité de fonctionnement de la station, notamment sous l'effet de fluctuations de charge hydraulique, de charge organique ou des conditions d'exploitation. Plusieurs travaux récents ont d'ailleurs montré que la teneur finale en MES des effluents traités reste fortement dépendante de la stabilité opérationnelle du procédé et du niveau réel d'affinage atteint avant réutilisation (Moussaoui *et al*., 2023 ; Hajjar *et al*., 2025 ; Mounira *et al*., 2025).

La comparaison avec l'eau de puits met également en évidence que l'eau usée traitée demeure plus chargée en particules que l'eau souterraine, ce qui est cohérent avec la nature des effluents résiduaires, même après épuration. Cette observation n'exclut pas leur valorisation agricole, mais elle indique clairement que l'eau traitée ne présente pas le même degré de limpidité qu'une ressource conventionnelle. D'un point de vue pratique, cette caractéristique revêt une importance particulière dans les systèmes d'irrigation localisée, notamment en goutte-à-goutte, où les MES représentent l'un des principaux facteurs de colmatage des filtres, des conduites et des goutteurs. Les études récentes confirment que les particules en suspension, surtout lorsqu'elles interagissent avec des biofilms microbiens ou des dépôts minéraux, peuvent réduire l'uniformité de distribution de l'eau et accroître les besoins de maintenance des installations d'irrigation (Duran-Ros *et al*., 2024 ; Wang *et al*., 2025 ; Cordeiro *et al*., 2025).

Dans l'ensemble, les résultats obtenus suggèrent que les eaux usées traitées étudiées présentent un niveau de MES globalement modéré, mais techniquement sensible, en raison de leur position immédiate au voisinage du seuil réglementaire. Ainsi, même si leur utilisation agricole reste envisageable, elle devrait s'accompagner d'un suivi régulier de la charge particulaire et, en cas d'irrigation localisée, de la mise en place d'une filtration adaptée afin de limiter les risques de colmatage. L'interprétation de ce paramètre doit néanmoins rester intégrée à celle des autres indicateurs de qualité, notamment la DCO, la DBO_5, la salinité et la qualité microbiologique, qui conditionnent ensemble l'aptitude réelle de l'effluent à une réutilisation agricole durable (Ofori et al., 2024 ; Christou *et al*., 2024).

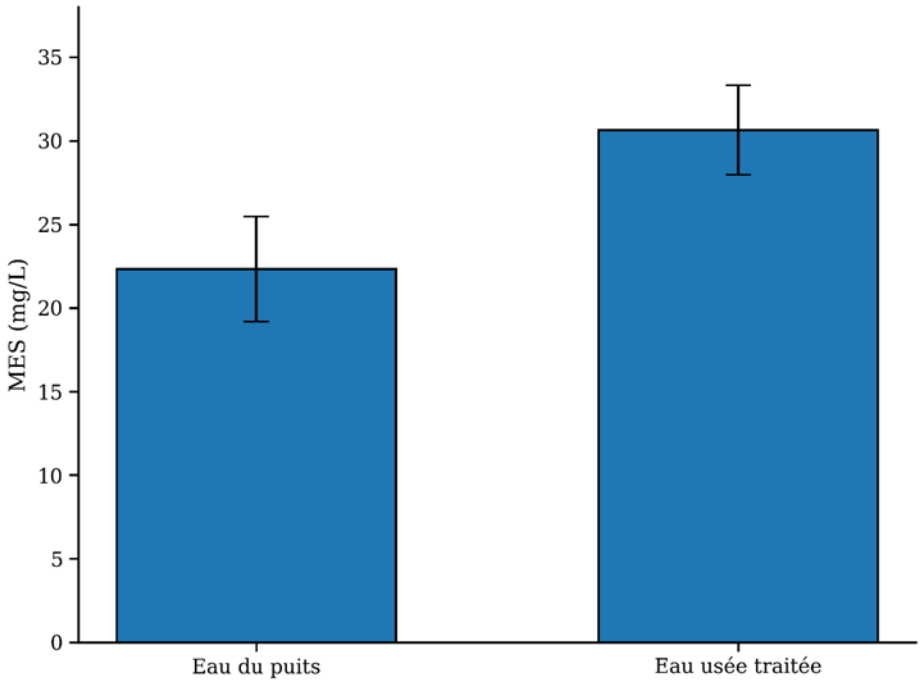

Figure 2.Variation des concentrations en matières en suspension (MES) dans l'eau usée traitée et l'eau de puits de la région de Bouguirat.

3. Demande biochimique en oxygène (DBO_5)

Les résultats de la DBO_5 présentés à la Figure 3 montrent une valeur de 30,33 mg O_2/l, pour les eaux usées traitées (EUT), contre 20,22 mg O_2/l pour l'eau de puits, soit un écart de 10,11 mg O_2/l. Exprimée autrement, la DBO_5 des EUT est environ 50 % plus élevée que celle de l'eau de puits, ce qui confirme la persistance d'une fraction organique biodégradable résiduelle après traitement. Cette valeur indique donc que, malgré l'épuration, l'effluent conserve encore une charge organique non négligeable, traduisant une stabilisation organique partielle plutôt que complète. Dans le contexte de la réutilisation agricole, la DBO_5 demeure un indicateur central pour apprécier le niveau d'affinage biologique des eaux usées traitées et leur stabilité avant usage en irrigation (Christou *et al*., 2024 ; Alayande *et al*., 2024 ; Hajjar *et al*., 2025).

Sur le plan réglementaire, la valeur mesurée dans les EUT (30,33 mg O_2/l) se situe 0,33 mg/l au-dessus de la limite algérienne de 30 mg/l pour la réutilisation en irrigation. Ce dépassement est faible en valeur absolue, mais il reste important sur le plan réglementaire, car il place l'effluent dans une zone limite de conformité. En d'autres termes, la qualité organique de l'eau traitée est très proche du seuil admissible, mais elle ne peut pas être considérée comme strictement conforme sur la seule base de cette mesure. Cette situation suggère que l'effluent pourrait être valorisé avec prudence, à condition d'assurer un suivi régulier afin de vérifier que

cette légère dérive ne soit pas récurrente et qu'elle ne reflète pas une instabilité du procédé de traitement. Les approches récentes de réutilisation des eaux usées insistent justement sur le fait que l'aptitude à l'irrigation doit être évaluée non seulement à partir d'une mesure ponctuelle, mais aussi selon la stabilité temporelle de la qualité de l'effluent (Christou *et al*., 2024 ; Di Marcantonio *et al*., 2025 ; Borsacchi *et al*., 2026).

La comparaison avec l'eau de puits montre également que les EUT restées plus chargées en matière organique biodégradable qu'une ressource conventionnelle. Ainsi, même si la différence entre les deux eaux n'est pas extrêmement élevée en termes absolus, elle reste suffisamment marquée pour indiquer que l'effluent traité n'a pas atteint le même niveau de qualité organique qu'une eau souterraine. Dans l'ensemble, ces résultats montrent que les EUT de la station de Bouguirat présentés une qualité organique proche du niveau acceptable, mais encore fragile, ce qui justifie une interprétation conjointe avec les autres paramètres, notamment la DCO, les MES, la salinité et la qualité microbiologique, avant de conclure à une réutilisation agricole durable (Christou *et al*., 2024 ; Al-Karablieh *et al*., 2025 ; Rezzoug, 2025).

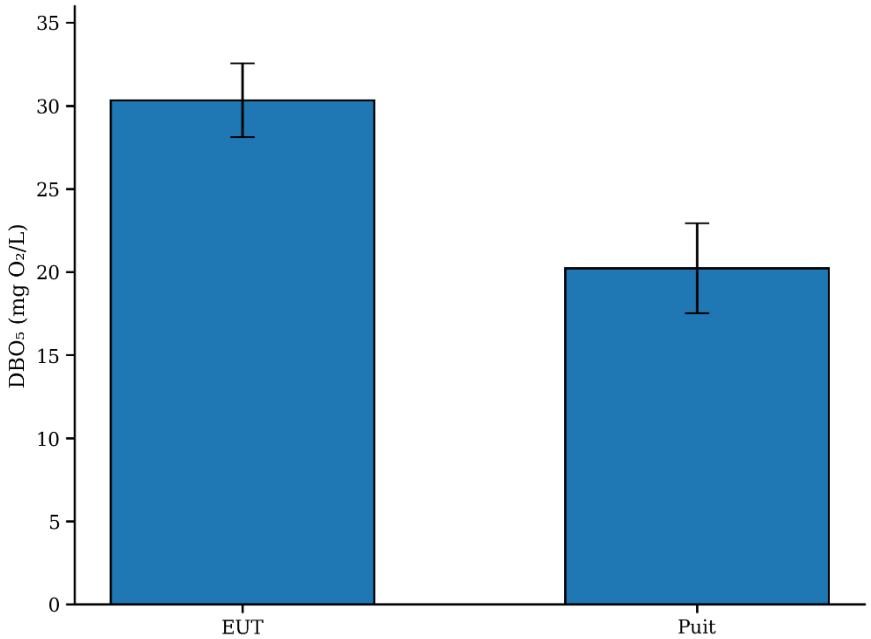

Figure 3.Variation de la demande biochimique en oxygène sur cinq jours (DBO_5) dans l'eau usée traitée et l'eau de puits de la station de Bouguirat

4. Demande chimique en oxygène (DCO)

Les résultats de la DCO présentés à la Figure 4 montrent une valeur de 80,45 mg O_2/l pour les eaux usées traitées (EUT), contre 40,98 mg O_2/l pour l'eau de puits. Ainsi, la DCO des EUT est supérieure de 39,47 mg O_2/l, soit presque 1,96 fois celle de l'eau de puits. Cette différence confirme la persistance, dans l'effluent traité, d'une fraction résiduelle de matières oxydables, incluant à la fois des composés organiques biodégradables, des fractions plus réfractaires et, éventuellement, certaines substances minérales oxydables. Dans le contexte de la réutilisation agricole, la DCO reste un indicateur central de la charge oxydable globale et de la qualité finale de l'effluent, en complément de la DBO_5, de MES et des paramètres microbiologiques (Christou *et al*., 2024 ; Ofori *et al*., 2024 ; Chae *et al*., 2026).

La valeur mesurée dans les EUT (80,45 mg O_2/l) indique donc que l'effluent demeure encore modérément chargé après traitement. Elle traduit une réduction réelle de la pollution oxydable, mais aussi un affinage encore incomplet de la qualité de l'eau. Ce profil reste cohérent avec les observations récentes rapportées pour des effluents destinés à la réutilisation, où la DCO finale varie sensiblement selon la stabilité opérationnelle de la station, le niveau de traitement atteint et les fluctuations de charge entrante. Par exemple, Sabbahi *et al*. (2025) ont rapporté, pour des eaux usées traitées destinées à l'irrigation, des valeurs de DCO comprises entre 63 et 440 mg O_2/l, montrant que la valeur observée ici se situe dans une gamme modérée, mais qui exige néanmoins une vigilance technique.

Sur le plan réglementaire, la limite algérienne admissible pour la DCO en irrigation est fixée à 90 mg/l. La valeur obtenue dans les EUT est donc inférieure de 9.55 mg/L à ce seuil et représente environ 89.4 % de la limite réglementaire. L'effluent peut ainsi être considéré comme conforme vis-à-vis de ce paramètre, mais cette conformité reste proche de la limite, ce qui suggère une qualité acceptable sans marge de sécurité importante. En pratique, une telle situation justifie un suivi régulier de la DCO, car toute baisse de performance du traitement pourrait rapidement conduire à un dépassement. Les travaux récents sur la réutilisation agricole des eaux usées insistent justement sur le fait qu'une conformité ponctuelle doit être interprétée avec prudence et replacée dans une logique de contrôle multicritère et de stabilité temporelle de l'effluent (Christou *et al*., 2024; Hajjar *et al*., 2025; Jodar-Abellan *et al*., 2026).

Dans l'ensemble, ces résultats montrent que les eaux usées traitées de la station de Bouguirat présentent une DCO compatible avec une réutilisation agricole potentielle, mais encore suffisamment élevée pour exiger une interprétation prudente. L'aptitude réelle de cet

effluent à l'irrigation ne peut donc être confirmée qu'en association avec les autres paramètres de qualité, notamment la DBO_5, les MES, la conductivité électrique et la qualité microbiologique, conformément aux approches actuelles de gestion sûre de la réutilisation des eaux usées (Ofori *et al*., 2024 ; Chae *et al*., 2026)

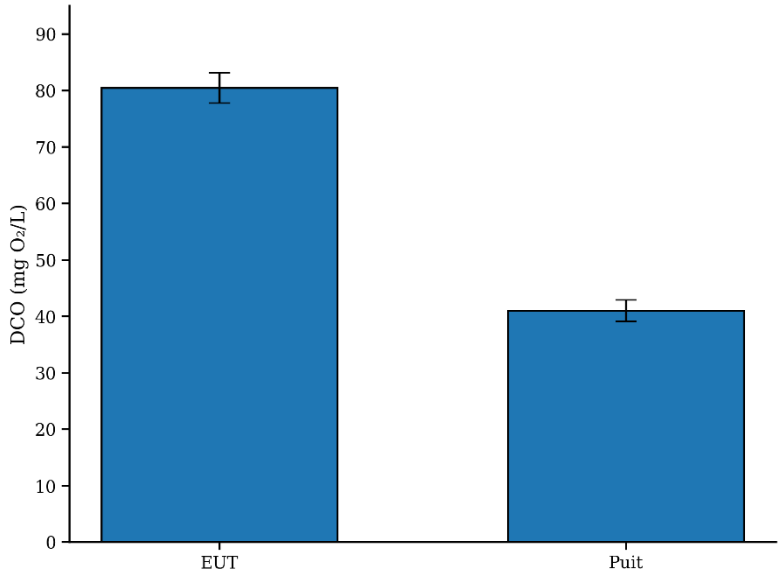

Figure 4.Variation de la demande chimique en oxygène (DCO) dans l'eau usée traitée et l'eau de puits de la station de Bouguirat.

5.Teneurs en métaux lourds

Les résultats obtenus montrent que le cadmium (Cd) constitue l'élément le plus préoccupant dans les eaux usées traitées de Bouguirat. Sa concentration (0,176 mg/L) dépasse nettement la limite réglementaire fixée pour l'irrigation (0,05 mg/L), indiquant une non-conformité claire de l'effluent pour ce paramètre. Ce résultat est particulièrement important, car le Cd est un métal non essentiel, reconnu pour sa forte mobilité dans le système sol–plante, sa capacité de bioaccumulation et ses effets toxiques potentiels sur les cultures, les sols et la santé humaine en cas d'exposition prolongée (Madjar *et al*., 2025 ; Chiutula *et al*., 2025 ; Kaur *et al*., 2025).

À l'inverse, les concentrations en cuivre (Cu) (1,466 mg/L) et en zinc (Zn) (3,306 mg/L) restent inférieures aux limites réglementaires respectives (5 mg/L et 10 mg/L), traduisant une conformité apparente pour ces deux éléments. Néanmoins, bien que Cu et Zn soient des oligoéléments essentiels à faibles teneurs, leur accumulation progressive dans les sols irrigués

peut devenir problématique à long terme, en particulier sous irrigation répétée par des eaux usées traitées (Merdy *et al*., 2024 ; Wiggenhauser *et al*., 2024).

Les teneurs mesurées en chrome (Cr) (0,0012 mg/l), nickel (Ni) (0,08 mg/l), plomb (Pb) (0,9 mg/l) et arsenic (As) (0,001 mg/l) demeurent également inférieures aux seuils réglementaires, ce qui suggère une qualité satisfaisante de l'effluent vis-à-vis de ces éléments. Toutefois, leur conformité ponctuelle ne doit pas exclure un risque d'accumulation à long terme, notamment dans les sols et certaines cultures sensibles, comme le soulignent plusieurs travaux récents sur la réutilisation des eaux usées en irrigation (Akhtar *et al*., 2025 ; Ramos Romero *et al*., 2026).

Dans l'ensemble, le profil métallique des eaux usées traitées de Bouguirat révèle donc une conformité partielle : la majorité des métaux analysés respectent les seuils réglementaires, mais la non-conformité du Cd constitue un facteur limitant majeur pour une réutilisation agricole durable. Ces résultats montrent ainsi que l'aptitude de cet effluent à l'irrigation doit être appréciée avec prudence, en privilégiant un suivi régulier des métaux dans l'eau, les sols et les cultures, conformément aux approches récentes de gestion intégrée du risque lié à la réutilisation des eaux usées traitées (Ofori *et al*., 2024 ; Hayat *et al*., 2025).

Tableau 4.dosage des métaux lourds dans l'eau usée traitée de la station de Bouguirat.

Métaux lourds	Concentration dans les EUT (mg/L)	Limites recommandées pour les EUT destinées à l'irrigation (mg/L)	Statut
Cd	0,1760	0,05	Non conforme
Cu	1 ,4660	5,00	Conforme
Zn	3,3060	10,00	Conforme
Cr	0,0012	0,10	Conforme
Ni	0,0800	0,20	Conforme
Pb	0,9000	5,00	Conforme
As	0,0010	0,10	Conforme

6. Analyses microbiologiques

résultats microbiologiques mettent en évidence une différence marquée entre l'eau de puits et l'eau usée traitée (EUT). Le dénombrement des coliformes fécaux atteint 1100 UFC/100 mL dans les EUT, contre 30 UFC/100 mL dans l'eau de puits, ce qui

traduit une contamination fécale résiduelle importante de l'effluent traité. Les coliformes fécaux, et plus particulièrement *Escherichia coli*, sont largement reconnus comme des indicateurs fiables de pollution d'origine fécale et de risque sanitaire dans les eaux destinées à l'irrigation. Leur persistance après traitement suggère donc une épuration microbiologique incomplète et un maintien d'un risque de contamination des sols, des cultures et, indirectement, des consommateurs (Volf *et al*., 2025 ; Gichuki *et al*., 2025 ; Pal *et al*., 2026).

La valeur observée dans les EUT indiqués ainsi que, malgré le traitement appliqué, l'effluent conserve une charge microbienne suffisamment élevée pour justifier une vigilance sanitaire accrue, en particulier en cas d'irrigation de cultures maraîchères ou de produits consommés crus. Plusieurs études récentes ont montré que des teneurs élevées en bactéries indicatrices dans les eaux réutilisées augmentent le risque de contamination des surfaces végétales et de transfert microbien dans le système sol–plante, avec une intensité variable selon le mode d'irrigation, le type de culture et les conditions d'exposition (Gichuki *et al*., 2025 ; Pal *et al*., 2026).

À l'inverse, l'absence de *Salmonella* spp.,., de *Shigella* spp. Constitue un résultat relativement favorable. Elle peut traduire soit une élimination efficace de ces agents au cours du traitement, soit une présence à des concentrations inférieures au seuil de détection de la méthode utilisée. Toutefois, l'absence ponctuelle de ces microorganismes ne suffit pas à elle seule à conclure à une innocuité microbiologique complète, car la persistance de coliformes fécaux à un niveau élevé demeure le principal signal d'alerte sanitaire. Les approches récentes de surveillance microbiologique recommandent ainsi d'interpréter l'absence de pathogènes spécifiques en association avec les bactéries indicatrices de contamination fécale (Volf *et al*., 2025 ; Ghernaout *et al*., 2024).

Tableau 5.Qualité microbiologique de l'eau de puits et de l'eau usée traitée de Bouguirat

Microorganismes recherchés	**Eau de puits**	**Eau usée traitée**
Coliformes fécaux (UFC/100 mL)	30	1100
Salmonella spp.	Absence	Absence
Shigella spp.	Absence	Absence

Dans l'ensemble, ces résultats montrent que la qualité microbiologique des eaux usées traitées de Bouguirat reste partiellement satisfaisante : l'absence des principaux pathogènes recherchés est encourageante, mais la forte teneur en coliformes fécaux indique que l'effluent ne peut être considéré comme pleinement sécurisé sans mesures complémentaires de contrôle. En conséquence, toute réutilisation agricole de cette eau devrait être accompagnée d'un suivi microbiologique régulier, d'un choix raisonné des cultures et d'une gestion adaptée du risque sanitaire, conformément aux recommandations récentes sur la réutilisation sûre des eaux usées traitées en agriculture (Gichuki *et al*., 2025 ; Pal *et al*., 2026).

Analyse de jus d'orange

1. Mesure du pH du jus

Les valeurs de pH mesurées pour les jus d'orange ont été de 3,73 pour le traitement irrigué par les eaux usées traitées (EUT) et de 3,70 pour le traitement irrigué par l'eau de puits, soit un écart absolu de 0,03 unité de pH. Cette différence reste faible et traduit une acidité globalement comparable entre les deux lots. En l'absence d'indicateurs de dispersion associés aux mesures, il est plus rigoureux de conclure à une proximité des valeurs de pH qu'à une différence réellement démontrée entre les deux traitements.

Le pH constitue un paramètre majeur de la qualité physicochimique des jus d'agrumes, car il reflète l'intensité de l'acidité active du milieu, influence la perception sensorielle de la saveur acide et participe à la stabilité globale du produit. Chez les agrumes, l'acidité est principalement liée à la présence d'acides organiques, en particulier l'acide citrique, tandis que l'acide malique et l'acide quinique figurent également parmi les constituants majeurs impliqués dans la qualité gustative du fruit et du jus (Wu *et al*., 2024 ; Guo *et al*., 2025). Ces composés jouent un rôle central dans l'équilibre sucre/acide, considéré comme l'un des déterminants essentiels de l'acceptabilité sensorielle des agrumes.

Les valeurs observées dans la présente étude sont cohérentes avec celles rapportées pour des jus d'orange frais dans la littérature récente. Abadias *et al*. (2024) ont notamment rapporté un pH initial de 3,69 pour un jus d'orange frais, valeur très proche de celles enregistrées ici. De même, des travaux récents sur des jus d'orange faiblement transformés ont montré que le pH demeure généralement stable après des traitements doux de stabilisation, ce qui confirme la relative robustesse de l'équilibre acido-basique de cette matrice (Abadias *et al*., 2024 ; Chu *et al*., 2025).

Sur le plan agronomique, la proximité des valeurs mesurées suggère que, dans les conditions de cette expérimentation, le mode d'irrigation n'a pas modifié de manière marquée l'acidité active du jus. Autrement dit, l'irrigation par EUT n'a pas induit de dérive notable du pH final, ce qui est un résultat important, car la conservation des caractéristiques acides du jus traduit une certaine stabilité de sa qualité technologique et sensorielle. Toutefois, le pH seul ne permet pas de décrire entièrement le statut acide du produit ; une interprétation plus approfondie devrait idéalement être complétée par l'acidité titrable et par le dosage individuel des principaux acides organiques.

D'un point de vue microbiologique, un pH voisin de 3,7 constitue une barrière intrinsèque défavorable au développement d'une large partie de la flore bactérienne d'altération et de nombreux microorganismes pathogènes. Néanmoins, cette acidité ne doit pas être interprétée comme une garantie absolue d'innocuité, car des bactéries acidotolérantes ou préalablement acid-adaptées, telles que *Salmonella Enteritidis* et *Escherichia coli* O157 :H7, peuvent survivre dans le jus d'orange malgré son faible pH. Ainsi, les valeurs observées dans cette étude doivent être considérées comme favorables à la stabilité microbiologique, sans pour autant remplacer l'application de bonnes pratiques d'hygiène et de transformation (Bainotti et al., 2025).

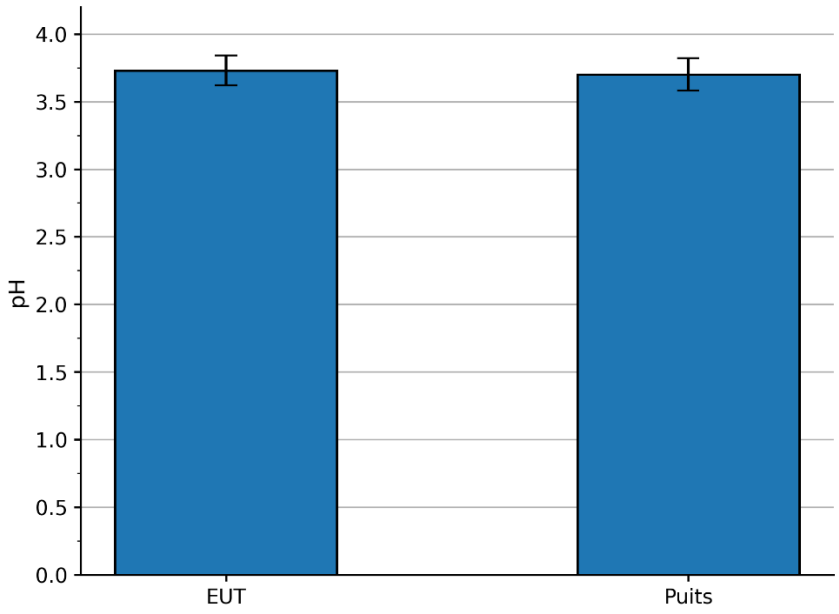

Figure 5.Variation du pH du jus d'orange en fonction du mode d'irrigation

2. Détermination de la matière sèche

La matière sèche correspond à la fraction du produit qui subsiste après élimination de l'eau et constitue, de ce fait, un indicateur intégrateur de l'état hydrique, de la concentration relative en constituants solides et du comportement technologique du matériau végétal. Dans les matrices citrus, ce paramètre est particulièrement pertinent, car les oranges fraîches sont naturellement très riches en eau, avec une teneur d'environ 86 %, tandis que les écorces présentent généralement une humidité un peu plus faible, de l'ordre de 70 à 78 %, ce qui implique, en théorie, une proportion de matière sèche plus élevée dans les tissus corticaux que dans la pulpe. Ainsi, la matière sèche ne doit pas être interprétée uniquement comme l'inverse de l'humidité, mais aussi comme un reflet indirect de l'organisation tissulaire et de la répartition des solides structuraux et solubles dans le fruit (Tan *et al*., 2025).

Les résultats obtenus montrent que, pour les échantillons sans écorce, les oranges irriguées par l'eau de puits présentent une teneur en matière sèche plus élevée (14,95 %) que celles irriguées par les eaux usées traitées (13,46 %). Cette tendance devient plus marquée dans les échantillons avec écorce, où la matière sèche atteint 17,56 % pour le traitement eau de puits contre 12,43 % pour le traitement EUT. Ces écarts indiquent que les différences observées ne peuvent pas être considérées comme négligeables d'un point de vue descriptif, en particulier pour les fruits analysés avec écorce. En revanche, en l'absence d'écart-type et de test statistique associés, il convient de rester prudent quant à l'interprétation de leur signification réelle. D'un point de vue physiologique, la valeur plus élevée mesurée dans les fruits avec écorce irrigués par l'eau de puits est cohérente avec la contribution de tissus périphériques généralement plus riches en composés structuraux. À l'inverse, la valeur relativement faible observée pour l'échantillon EUT avec écorce, inférieure même à celle de l'échantillon EUT sans écorce, suggère une variabilité interne plus importante du tissu ou un effet combiné lié à la proportion relative de flavedo, d'albedo et de pulpe dans l'échantillon analysé. Ce dernier résultat mérite donc une interprétation prudente plutôt qu'une généralisation directe de l'effet de l'irrigation.

Dans l'ensemble, les valeurs mesurées dans cette étude restent compatibles avec la composition hydrique habituellement rapportée pour les oranges fraîches. En effet, une teneur en eau voisine de 86 % correspond approximativement à une matière sèche de l'ordre de 14 % sur matière fraîche, ce qui concorde bien avec les résultats obtenus pour les échantillons sans écorce. De même, des travaux récents sur la déshydratation des oranges ont montré que la réduction de l'eau s'accompagne d'une augmentation apparente de la fraction solide, à travers l'élévation de la matière sèche, des solides solubles et de la concentration relative de plusieurs

constituants d'intérêt. Dans les produits d'orange soumis à déshydratation, la dynamique de perte d'eau et de gain relatif en solides dépend fortement de la structure du tissu, du procédé appliqué et des conditions opératoires, notamment le temps, la température et la nature du traitement de séchage ou de déshydratation osmotique (Yazidi et al., 2024 ; Tan et al., 2025).

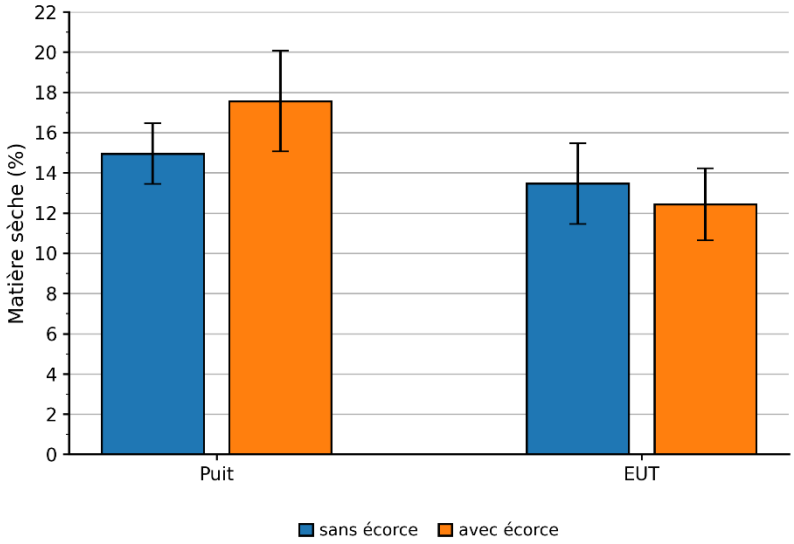

Figure 6.Effet du type d'irrigation sur la matière sèche (%) des oranges avec et sans écorce

3. Détermination de la matière grasse

Les résultats montrent que la teneur en matière grasse du jus d'orange a été plus élevée dans les échantillons issus des fruits irrigués par l'eau de puits (0,29 %) que dans ceux provenant des fruits irrigués par les eaux usées traitées (0,11 %). Sur le plan descriptif, cette différence correspond à un écart absolu de 0,18 point et suggère une fraction lipidique environ 2,6 fois plus élevée dans le lot irrigué par l'eau de puits. Toutefois, en l'absence d'écarts-types expérimentaux et d'analyse statistique, cette différence doit être interprétée avec prudence et ne peut pas être présentée comme un effet significatif démontré du régime d'irrigation.

D'un point de vue compositionnel, ces deux valeurs confirment que la matière grasse demeure un constituant très minoritaire du jus d'orange. Les jus de Citrus sont surtout caractérisés par une matrice aqueuse dominée par les sucres solubles, les acides organiques, la vitamine C, les flavonoïdes, les caroténoïdes et d'autres composés bioactifs, tandis que la fraction lipidique reste faible à l'échelle de la composition globale. Ainsi, même si une différence numérique est observée entre les deux traitements, les deux jus conservent le profil attendu d'une boisson naturellement pauvre en lipides, ce qui est pleinement cohérent avec la

littérature récente sur la qualité nutritionnelle et physicochimique des jus d'agrumes (Karki *et al*., 2024 ; Dhuique-Mayer *et al*., 2025 ; Li *et al*., 2024).

L'interprétation du différentiel observé doit néanmoins dépasser une lecture strictement nutritionnelle. Dans le jus d'orange, la fraction lipidique mesurée ne reflète pas uniquement des « lipides de réserve » au sens classique, mais aussi la contribution de micro constituants transférés lors de l'extraction, notamment des particules du nuage colloïdal, de la pulpe fine et, selon les conditions opératoires, de faibles quantités d'huile essentielle provenant des tissus périphériques. Des travaux récents rappellent en effet du jus d'orange contient, outre la pectine et les protéines, une certaine proportion de lipides, tandis que le flavedo des agrumes renferme des glandes à huile essentielles particulièrement abondantes. Dans cette perspective, la teneur plus élevée observée dans le traitement « eau de puits » pourrait refléter une plus grande incorporation de fractions colloïdales ou de microgouttelettes issues des tissus externes, plutôt qu'une modification profonde du métabolisme lipidique du fruit. Cette interprétation reste une inférence raisonnée, mais elle est plus rigoureuse qu'une conclusion directe attribuant l'écart au seul effet de l'irrigation (Li *et al*., 2025 ; Munir *et al*., 2024).

Sur le plan technologique, même de faibles variations de la fraction grasse peuvent avoir un intérêt qualitatif, car elles peuvent influencer la rétention des composés d'arôme lipophiles, le comportement colloïdal du jus et, indirectement, certaines propriétés de stabilité. Plus largement, la qualité finale du jus dépend fortement du cultivar, de la maturité, des conditions culturales et des étapes de transformation, notamment l'extraction, le raffinage, la réduction de pulpe et la stabilisation. Il serait donc méthodologiquement excessif de relier l'écart mesuré à l'eau d'irrigation sans considérer simultanément l'effet possible du procédé d'extraction et du transfert différentiel des fractions dispersées du jus (Akyıldız *et al*., 2023 ; Karki *et al*., 2024).

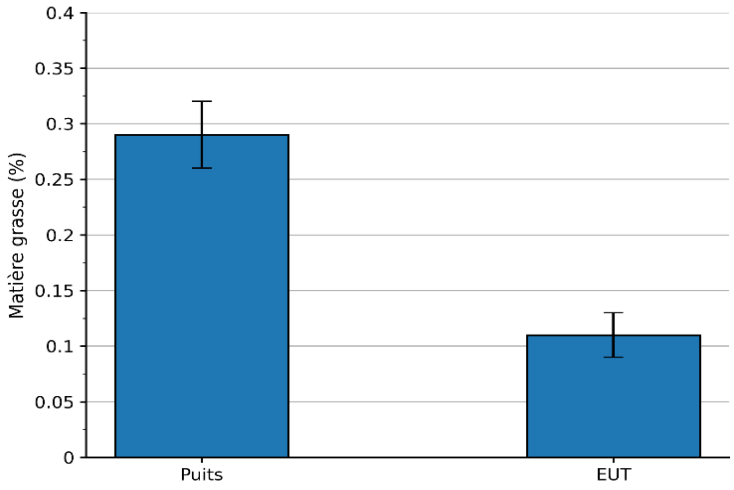

Figure 7.:Teneur en matier grasse (en g) du jus d'orange

4.Teneur en polyphénols totaux

Les composés phénoliques constituent l'une des principales classes de métabolites bioactifs des agrumes et participent à la fois à la valeur nutritionnelle, au profil sensoriel et au potentiel antioxydant du jus. Dans l'orange douce, la fraction phénolique est dominée principalement par les flavanones, en particulier l'hespéridine et la narirutine, auxquelles s'ajoutent des acides hydroxycinnamiques. Ces composés interviennent non seulement dans l'activité antioxydante globale, mais aussi dans certaines caractéristiques de goût, de stabilité et d'identité variétale du jus. La littérature récente souligne en outre que leur accumulation est fortement influencée par le génotype, la date de récolte et l'environnement de culture, ce qui explique l'importante variabilité observée entre jus d'orange apparemment comparables (Lazaridis *et al*., 2024 ; García-Infante *et al*., 2024).

Dans la présente étude, les teneurs en polyphénols totaux ont montré une différence significative entre les deux traitements ($p < 0,05$). Le jus issu des fruits irrigués par les eaux usées traitées (EUT) a présenté la valeur la plus élevée, avec 275,64 mg EAG/100 mL, contre 81,2 mg EAG/100 mL pour le jus provenant des fruits irrigués par l'eau de puits. L'écart absolu entre les deux lots est donc de 194,44 mg EAG/100 mL. Exprimé relativement, cela signifie que le traitement EUT présente une teneur en polyphénols environ 3,39 fois plus élevée que le traitement eau de puits, soit une augmentation de 239,46 % par rapport à ce dernier. Autrement dit, la valeur du lot irrigué par l'eau de puits est 70,54 % inférieure à celle du lot EUT. Ce point est important, car la valeur de 70,54 % ne peut pas être décrite comme une augmentation du traitement EUT, mais bien comme une diminution du traitement Puits par rapport au traitement EUT.

Ces résultats sont particulièrement remarquables lorsqu'ils sont replacés dans le contexte de la littérature récente. Karki et al. (2024), dans une étude comparative sur plusieurs jus d'agrumes, ont rapporté une teneur phénolique maximale de 65,8 ± 0,6 mg GAE/100 ml, tandis que la teneur en flavonoïdes de *Citrus sinensis* atteignait 91,4 ± 0,3 mg/100 ml. Ahmed et al. (2025) ont, de leur côté, rapporté pour le jus d'orange une teneur d'environ 76,07 mg GAE/100 g, et un travail de 2025 sur du jus d'orange pressé à froid a indiqué une valeur voisine de 73,41 mg GAE/100 ml. Ainsi, la valeur obtenue pour le traitement Puits s'inscrit encore dans un ordre de grandeur plausible pour un jus d'orange, alors que la valeur mesurée pour le traitement EUT apparaît nettement supérieure aux plages généralement publiées pour des jus d'orange conventionnels. Cette différence suggère que l'effet observé dépasse une simple fluctuation mineure de composition et mérite une interprétation physiologique et analytique approfondie (Karki *et al*., 2024 ; Ahmed *et al*., 2025).

Sur le plan biologique, plusieurs mécanismes peuvent être invoqués pour expliquer cette élévation marquée des polyphénols dans le traitement EUT. D'une part, l'irrigation par eaux usées traitées peut agir comme une source additionnelle de nutriments minéraux, susceptibles de modifier le métabolisme carboné et secondaire de la plante. D'autre part, selon sa composition, cette eau peut également imposer un stress modéré Les travaux récents montrent d'ailleurs que les pratiques culturales, en particulier la gestion de l'irrigation et des intrants, influencent fortement la composition bioactive des fruits et légumes. Les synthèses récentes sur la réutilisation des eaux usées en agriculture insistent également sur le fait que cette ressource peut produire des effets positifs, neutres ou négatifs selon la qualité de l'eau, la salinité, l'espèce végétale, le cultivar et la conduite agronomique. Il est donc scientifiquement défendable de proposer que, dans les conditions de ton essai, l'EUT ait favorisé un enrichissement apparent du jus en composés phénoliques, mais il serait excessif d'attribuer ce résultat à un seul mécanisme sans données métaboliques complémentaires (Trotta *et al*., 2024 ; Anim *et al*., 2025 ; Perulli *et al*., 2026).

Néanmoins, une discussion de niveau *Food Chemistry* doit aussi intégrer les limites analytiques de la méthode utilisée. Le dosage par le réactif de Folin–Ciocalteu reste très utile pour comparer des échantillons, mais il ne mesure pas exclusivement les polyphénols au sens strict; il estime plutôt une capacité réductrice globale. Des composés non phénoliques, en particulier l'acide ascorbique mais aussi certains acides aminés et autres substances réductrices, peuvent contribuer au signal colorimétrique et conduire à une surestimation de la teneur phénolique apparente. Les revues récentes soulignent d'ailleurs que la comparabilité inter-

études reste limitée lorsque les conditions analytiques, les standards, la préparation des échantillons ou la correction des interférences ne sont pas strictement harmonisés. Par conséquent, la valeur élevée observée dans le traitement EUT doit être interprétée comme une augmentation apparente de la teneur en polyphénols totaux, et non automatiquement comme une preuve définitive d'un enrichissement spécifique en flavanones ou en acides phénoliques individuels (Pérez *et al*., 2023; Torres *et al*., 2024).

Dans l'ensemble, les résultats montrent que l'irrigation par EUT a été associée à une augmentation très marquée de la teneur en polyphénols totaux du jus d'orange, ce qui pourrait représenter un avantage nutritionnel et fonctionnel important si cette tendance est confirmée par des approches analytiques plus spécifiques. Toutefois, au regard de l'amplitude de l'écart observé par rapport aux valeurs le plus souvent rapportées dans la littérature récente, l'interprétation doit rester prudente. La conclusion la plus rigoureuse est donc que le traitement EUT a induit un enrichissement apparent très important en composés réducteurs exprimés en équivalents d'acide gallique, probablement lié à une combinaison de facteurs agronomiques, métaboliques et analytiques. Pour consolider cette conclusion, il serait hautement pertinent de compléter le dosage global par une caractérisation ciblée du profil phénolique par HPLC-DAD ou LC-MS/MS, en particulier pour l'hespéridine, la narirutine, la didymine et les principaux acides hydroxycinnamiques, qui constituent les marqueurs les plus pertinents de la qualité phénolique des jus d'orange (García-Infante *et al*., 2024 ; Lazaridis *et al*., 2024).

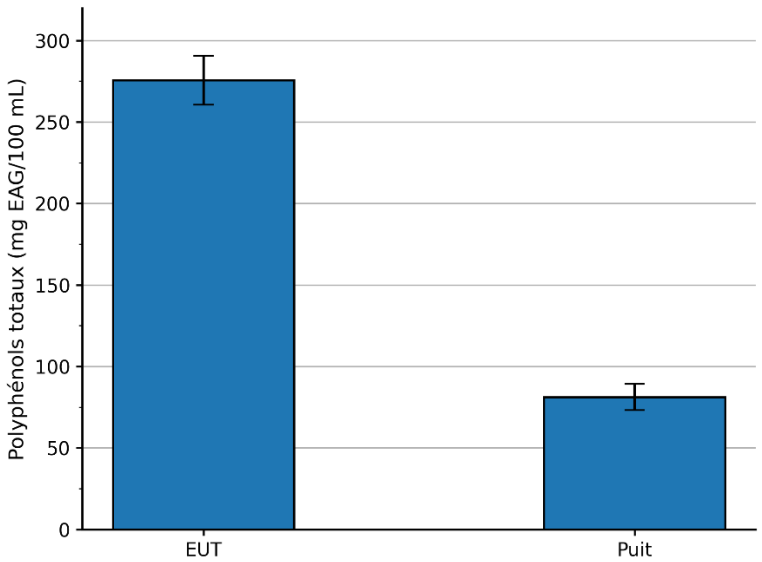

Figure 8.Teneur en polyphénols totaux du jus d'orange en fonction du type d'irrigation

5.Teneur en flavonoïdes totaux

Les flavonoïdes constituent l'une des principales familles de composés phénoliques des agrumes et participent de manière déterminante à leur valeur nutritionnelle, à leur potentiel antioxydant et à certaines caractéristiques sensorielles du jus. Chez l'orange douce, cette fraction est dominée surtout par les flavanones, notamment l'hespéridine et la narirutine, qui représentent les marqueurs les plus caractéristiques de la qualité phytochimique du jus d'orange (Navajas-Porras *et al*., 2025; Xu *et al*., 2025).

Dans la présente étude, les teneurs en flavonoïdes totaux ont montré une différence significative entre les deux traitements ($p < 0,05$). Le jus issu des fruits irrigués par l'eau de puits a présenté la valeur la plus élevée, avec 7,74 mg EQ/mL, alors que le jus provenant des fruits irrigués par les eaux usées traitées (EUT) a présenté une valeur de 4,23 mg EQ/mL. L'écart absolu entre les deux lots est donc de 3,51 mg EQ/mL. Exprimé relativement, cela signifie que le traitement EUT présente une teneur en flavonoïdes 45,35 % plus faible que celle observée dans le traitement eau de puits. Inversement, le lot irrigué par l'eau de puits montre une teneur en flavonoïdes environ 1,83 fois plus élevée que celle du lot EUT. Cette manière de présenter les résultats est plus rigoureuse que de parler simplement d'une "variation" de 45,34 %, car elle précise clairement le sens biologique de la différence observée.

Sur le plan interprétatif, ce résultat est particulièrement intéressant, car il contraste avec la tendance observée pour les polyphénols totaux dans ton étude, où le traitement EUT présentait la valeur la plus élevée. Cela suggère que l'irrigation n'a pas nécessairement modifié de façon uniforme l'ensemble de la fraction phénolique, mais qu'elle pourrait avoir affecté différemment les flavonoïdes et les autres composés réducteurs mesurés dans les polyphénols totaux. Une telle dissociation est biologiquement plausible, car les flavonoïdes ne représentent qu'une sous-famille de l'ensemble des composés détectés par les approches colorimétriques globales, et leur accumulation dépend de régulations métaboliques plus spécifiques. En d'autres termes, les résultats peuvent traduire une redistribution qualitative du métabolisme secondaire plutôt qu'une simple augmentation ou diminution uniforme de tous les composés phénoliques.

La littérature récente confirme que la teneur en flavonoïdes des jus d'agrumes varie fortement selon le génotype, la date de récolte, les conditions pédoclimatiques et les pratiques culturales. Karki et al. (2024), dans une étude comparative sur plusieurs espèces d'agrumes, ont rapporté que *Citrus sinensis* présentait la teneur en flavonoïdes la plus élevée parmi les jus étudiés, avec 91,4 ± 0,3 mg/100 mL, ce qui illustre déjà une forte variabilité interspécifique et

intermatrice. De leur côté, García-Infante et al. (2024) ont montré que le génotype et la date de récolte influençaient significativement la qualité phytochimique de plusieurs cultivars d'orange, y compris leurs composés antioxydants. Ainsi, les différences observées dans la présente étude sont cohérentes avec l'idée que les flavonoïdes du jus d'orange sont très sensibles à l'environnement de production et à l'identité biologique du fruit (Karki *et al*., 2024 ; García-Infante *et al*., 2024).

Sur le plan biologique, la teneur plus élevée en flavonoïdes du traitement eau de puits peut être interprétée comme le reflet d'un état métabolique plus favorable à l'accumulation des flavanones majeures du jus. À l'inverse, le traitement EUT, bien qu'associé dans ton étude à une hausse des polyphénols totaux, pourrait avoir modifié la biosynthèse, la conversion ou la stabilité de certaines sous-classes flavonoïdiques spécifiques. Ce type de réponse n'est pas surprenant : les métabolites secondaires sont souvent régulés de manière fine et différentielle selon la nature du stress, la disponibilité en nutriments et le stade physiologique du fruit. Les synthèses récentes consacrées aux flavonoïdes des agrumes montrent d'ailleurs que ces composés répondent à des déterminants multiples, incluant l'environnement, la physiologie du fruit et les conditions post-récolte, ce qui rend les réponses quantitatives très dépendantes du contexte expérimental (Xu *et al*., 2025).

Du point de vue nutritionnel, ces résultats demeurent pertinents, car les flavonoïdes des agrumes sont associés à plusieurs effets biologiques d'intérêt, notamment l'activité antioxydante, la modulation de l'inflammation et certains bénéfices métaboliques. Navajas-Porras et al. (2025) ont par exemple montré qu'un jus d'orange enrichi en flavonoïdes, consommé dans le cadre d'un essai contrôlé, était associé à une amélioration de plusieurs paramètres métaboliques et antioxydants. Cela ne signifie pas que la différence mesurée ici se traduira automatiquement par un effet physiologique proportionnel, mais cela confirme que les variations de la fraction flavonoïdique du jus ne sont pas anodines sur le plan fonctionnel (Navajas-Porras *et al*., 2025).

Les résultats indiquent que l'irrigation par eau de puits a été associée, dans les conditions de cette expérimentation, à une teneur en flavonoïdes totaux plus élevée que l'irrigation par EUT. Toutefois, l'interprétation mécanistique de cette différence doit rester prudente. La conclusion la plus rigoureuse est donc que le traitement eau de puits a conduit à une accumulation apparente plus importante de flavonoïdes totaux, tandis que le traitement EUT a été associé à une diminution de cette fraction spécifique, malgré une augmentation parallèle des polyphénols totaux.

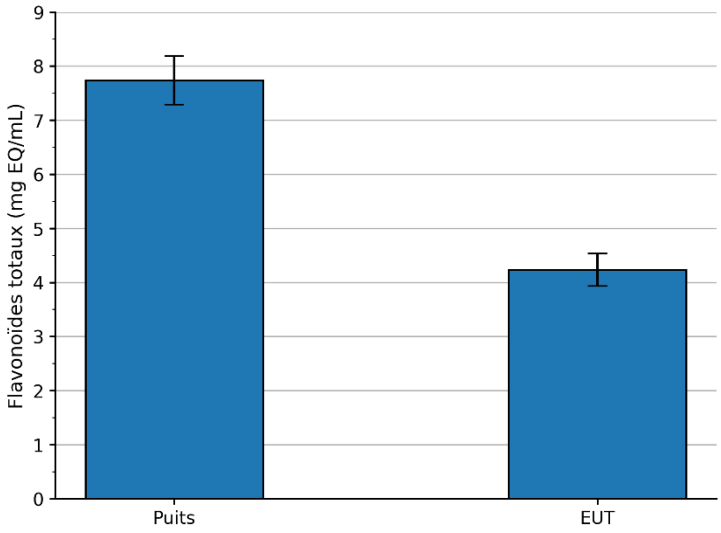

Figure 9.Teneur en flavonoïdes totaux du jus d'orange selon le type d'irrigation

6.Activité antioxydante et stabilité oxydative

L'évaluation conjointe de l'activité antioxydante et de la stabilité oxydative a mis en évidence une différence nette entre les jus d'orange issus des fruits irrigués par l'eau de puits et ceux provenant des fruits irrigués par les eaux usées traitées. D'une manière générale, le traitement Puits a présenté les valeurs les plus élevées pour les essais DPPH, ABTS et FRAP, alors que le traitement EUT a montré la valeur la plus élevée pour les TBARS, traduisant une oxydation secondaire plus marquée. Cette lecture intégrée est particulièrement pertinente dans le cas des agrumes, dont le potentiel antioxydant dépend d'une matrice complexe associant flavonoïdes, acide ascorbique, acides phénoliques, caroténoïdes et autres métabolites bioactifs. Les synthèses récentes soulignent d'ailleurs que les jus d'agrumes doivent être interprétés comme des systèmes multicomposants, dans lesquels la bioactivité ne dépend pas uniquement de la quantité totale de composés phénoliques, mais aussi de leur profil qualitatif et de leurs interactions au sein de la matrice (Saini *et al*., 2022 ; García-Infante *et al*., 2024 ; Xu *et al*., 2025).

L'essai DPPH a montré une activité antiradicalaire plus élevée pour le jus issu des fruits irrigués par l'eau de puits (69 %) que pour celui obtenu à partir des fruits irrigués par EUT (59 %), soit un écart absolu de 10 points et une diminution relative d'environ 14,5 % dans le traitement EUT. Cette différence suggère que le jus du traitement Puits possède une meilleure capacité à neutraliser les radicaux libres par transfert d'hydrogène ou d'électron. Une telle observation est cohérente avec tes résultats sur les flavonoïdes, eux aussi plus élevés dans le traitement Puits, puisque les flavanones majeures des agrumes, notamment l'hespéridine et la

narirutine, sont reconnues comme des contributeurs importants de l'activité antioxydante des jus d'orange. Les travaux récents sur les oranges montrent également que les réponses DPPH varient fortement selon le génotype, la date de récolte et l'environnement de culture, ce qui confirme que l'activité antiradicalaire est un paramètre hautement sensible au contexte agronomique et physiologique du fruit (García-Infante et al., 2024 ; Modica et al., 2024 ; Xu et al., 2025).

Pour les paramètres ABTS et FRAP représentés dans la figure provisoire, la même hiérarchie a été observée, avec des valeurs plus élevées pour le traitement Puits (ABTS : 74,5 ± 3,1 % ; FRAP : 1,86 ± 0,09 mmol TE/L) que pour le traitement EUT (ABTS : 64,2 ± 2,7 % ; FRAP : 1,49 ± 0,08 mmol TE/L). Sur le plan interprétatif, cette convergence entre les trois essais antioxydants renforce l'hypothèse d'un profil rédox globalement plus favorable dans le jus provenant des fruits irrigués par l'eau de puits. Cette cohérence est importante, car aucun test unique ne permet de représenter fidèlement l'ensemble des mécanismes antioxydants d'une matrice alimentaire. L'ABTS est souvent considéré comme particulièrement sensible à plusieurs classes de composés hydrophiles des agrumes, alors que le FRAP renseigne davantage sur le pouvoir réducteur global. Les revues méthodologiques récentes rappellent précisément que DPPH, ABTS et FRAP sont complémentaires plutôt qu'interchangeables, et que leur utilisation combinée améliore la robustesse de l'interprétation des aliments riches en métabolites secondaires (Modica *et al*., 2024 ; Knez *et al*., 2025 ; Ulep *et al*., 2025).

Le fait que le traitement EUT ait présenté dans ton étude une teneur plus élevée en polyphénols totaux, tout en montrant une activité DPPH plus faible et, dans la figure provisoire, des réponses ABTS et FRAP également plus basses, mérite une discussion nuancée. Cette dissociation indique que l'augmentation du signal global mesuré par la méthode de Folin–Ciocalteu n'a pas nécessairement correspondu à une amélioration de l'efficacité antioxydante fonctionnelle. Un tel résultat est scientifiquement plausible, car la mesure des polyphénols totaux reflète une capacité réductrice globale et non une quantification spécifique des molécules les plus efficaces dans les essais DPPH, ABTS ou FRAP. En d'autres termes, la nature des composés présents est aussi importante que leur quantité totale. La littérature récente sur les agrumes confirme d'ailleurs que les relations entre polyphénols totaux, flavonoïdes et activités antioxydantes ne sont pas systématiquement linéaires, et qu'elles varient selon le cultivar, la composition du jus et les conditions de culture (García-Infante *et al*., 2024 ; Modica *et al*., 2024).

L’essai TBARS a, à l’inverse, montré une valeur plus élevée dans le jus issu des fruits irrigués par EUT (1,75 mg MDA/kg) que dans celui provenant des fruits irrigués par l’eau de puits (1,22 mg MDA/kg), ce qui correspond à une augmentation relative d’environ 43,4 %. Cette différence indique une accumulation plus importante de produits secondaires de l’oxydation dans le traitement EUT. Même si le jus d’orange est naturellement pauvre en lipides, la mesure des TBARS reste pertinente, car l’oxydation peut concerner des fractions mineures mais sensibles, associées aux particules colloïdales, aux membranes résiduelles et à certains constituants lipophiles. Les travaux récents rappellent que les TBARS constituent un indicateur utile de l’oxydation secondaire, notamment via le malondialdéhyde et d’autres substances réactives à l’acide thiobarbiturique, même si la méthode doit être interprétée avec prudence en raison d’interférences possibles dans certaines matrices alimentaires (Mozzon *et al*., 2024; Başdoğan *et al*., 2025; Bhandari *et al*., 2025).

La lecture croisée des quatre paramètres suggère donc que le jus du traitement Puits présentait un meilleur équilibre entre pouvoir antioxydant et stabilité oxydative, alors que le jus du traitement EUT semblait plus vulnérable aux processus oxydatifs. D’un point de vue mécanistique, cette situation peut refléter une modification de l’équilibre entre composés protecteurs et facteurs pro-oxydants. Les revues récentes sur l’irrigation par eaux usées traitées montrent que cette ressource peut agir à la fois comme une source de nutriments et comme un facteur de contrainte, selon sa composition, son niveau de traitement et son usage agronomique. Correctement gérée, elle peut améliorer certaines performances culturales ; à l’inverse, une qualité insuffisante ou une charge saline/minérale défavorable peut modifier le métabolisme végétal et altérer certains paramètres de qualité. Dans ce cadre, les tendances observées ici sont compatibles avec l’hypothèse selon laquelle l’EUT aurait modifié l’état rédox du fruit et la composition fonctionnelle du jus, sans que cela se traduise par une amélioration effective de la défense antioxydante mesurée par DPPH, ABTS et FRAP (Obijianya *et al*., 2025).

Il faut aussi souligner que, dans les oranges, l’activité antioxydante du jus n’est pas déterminée par un seul groupe de molécules, mais par l’interaction entre plusieurs familles de composés, en particulier les flavonoïdes, l’acide ascorbique et d’autres constituants hydrophiles. García-Infante et al. (2024) ont montré que le génotype et la date de récolte influençaient fortement les propriétés antioxydantes des oranges destinées au jus, tandis que Modica et al. (2024) ont confirmé que l’environnement de culture pouvait modifier simultanément les teneurs en métabolites secondaires et les réponses ABTS, DPPH et FRAP. Autrement dit, l’effet du type d’irrigation observé dans ton travail s’inscrit dans une logique

plus large de plasticité métabolique des agrumes face aux conditions de culture. Cette interprétation est renforcée par les synthèses récentes consacrées aux composés bioactifs des agrumes, qui insistent sur le rôle central des flavonoïdes et de leur variabilité spatiale, génétique et environnementale dans la détermination des propriétés fonctionnelles des jus (Saini *et al*., 2022 ; García-Infante *et al*., 2024 ; Modica *et al*., 2024 ; Xu *et al*., 2025).

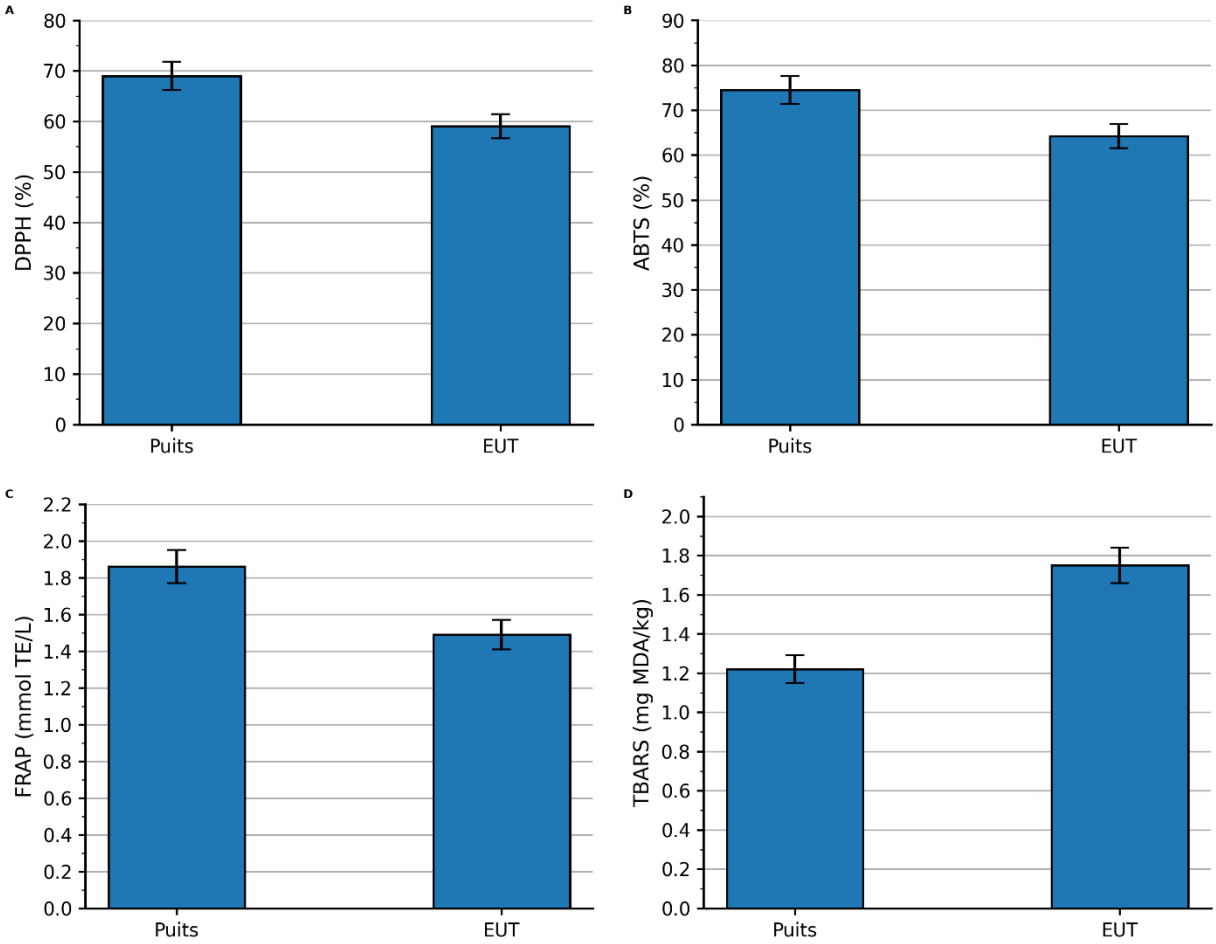

Figure 10.Effet du type d'irrigation sur l'activité antioxydante (DPPH, ABTS, FRAP) et la stabilité oxydative (TBARS) du jus d'orange

7. Analyses microbiologiques des jus d'orange

L'évaluation microbiologique des jus d'orange a montré un profil globalement satisfaisant sur le plan hygiénique. L'absence totale de coliformes totaux, de coliformes thermotolérants et de Salmonella dans les deux traitements indique que les jus analysés ne présentent pas de contamination entérique détectable et suggère une bonne maîtrise des conditions de préparation et de manipulation. Ce résultat est particulièrement important pour des jus frais ou peu transformés, car la littérature récente rapporte que les jus non pasteurisés

commercialisés peuvent présenter des défauts microbiologiques notables lorsque l'hygiène des matières premières, du pressage ou de la distribution est insuffisante. Des travaux récents menés sur des jus frais ont ainsi montré que les coliformes thermotolérants et, plus ponctuellement, *Salmonella* peuvent encore être détectés dans des produits commercialisés dans des conditions sanitaires imparfaites, ce qui renforce l'intérêt des résultats obtenus ici (Neggazi *et al*., 2024 ; Guimarães *et al*., 2025).

En adoptant la notation du tableau fourni, la FMAT a été estimée à environ 2×10^2 UFC/mL dans le jus issu des fruits irrigués par l'eau de puits et à 35×10^2 UFC/mL dans celui provenant des fruits irrigués par les eaux usées traitées. Même si la charge observée est numériquement plus élevée dans le traitement EUT, les deux jus restent dans un ordre de grandeur compatible avec une qualité microbiologique encore favorable, surtout au regard des charges beaucoup plus élevées rapportées dans certains jus frais commercialisés sans maîtrise stricte de la chaîne hygiénique. La FMAT constitue avant tout un indicateur de l'hygiène générale de production et de la charge microbienne viable globale ; ainsi, les valeurs mesurées ici suggèrent que le traitement EUT a pu être associé à une contamination initiale légèrement plus importante, sans toutefois traduire une altération microbiologique sévère du produit. Cette différence peut être liée à la qualité microbiologique initiale du fruit, à la contamination de surface, aux conditions d'extraction ou à la manipulation post-récolte, qui sont reconnues comme des déterminants majeurs de la qualité microbienne des jus frais (Neggazi *et al*., 2024 ; Guimarães *et al*., 2025).

La recherche des levures et moisissures montre également une contamination faible à modérée des échantillons, avec une charge plus élevée dans le jus issu de l'eau de puits si l'on retient la valeur du tableau telle qu'elle est reportée. Cette observation doit être examinée avec attention, car dans les jus d'orange, les levures et moisissures représentent les principaux microorganismes d'altération, bien davantage que les bactéries entériques. Les données récentes sur les lignes de production jus d'orange montrent que les flores fongiques constituent une source de préoccupation majeure pour la stabilité commerciale, avec la présence fréquente de levures et de moisissures capables de persister, d'adhérer aux surfaces et d'altérer le produit au cours du stockage. Ainsi, même lorsque les indicateurs fécaux sont absents, la surveillance de cette flore reste essentielle pour juger l'aptitude à la conservation du jus (Margalho *et al*., 2025 ; Kovács *et al*., 2025).

L'interprétation de ces résultats doit également tenir compte de la nature intrinsèquement acide du jus d'orange. Son faible pH constitue une barrière importante contre

le développement de nombreuses bactéries d'altération et de plusieurs pathogènes, ce qui contribue à expliquer les faibles charges observées dans les échantillons étudiés. Toutefois, une discussion de niveau Food Chemistry ne doit pas présenter cette acidité comme une protection absolue. Des travaux récents ont montré que des populations acid-adaptées de *Salmonella Enteritidis* et d'*Escherichia colis* O157 :H7 peuvent survivre plus efficacement dans le jus d'orange, en particulier à basse température, et même conserver un potentiel pathogène accru après passage dans un environnement acide. En conséquence, l'absence de ces germes dans les échantillons analysés est un résultat très favorable, mais elle doit être interprétée comme la conséquence d'un bon état hygiénique global, et non comme un simple effet automatique du pH du jus (Bainotti *et al*., 2025).

Les résultats obtenus suggèrent donc que les deux jus présentent une bonne qualité hygiénique, avec une situation particulièrement rassurante pour les indicateurs de contamination fécale et pour *Salmonella*. La différence observée au niveau de la FMAT entre les deux traitements indique néanmoins que le jus provenant des fruits irrigués par EUT pourrait être microbiologiquement un peu plus chargé que celui issu de l'eau de puits, sans que cela remette en cause sa conformité apparente. D'un point de vue technologique, cette tendance peut être interprétée comme le reflet d'une influence modérée du système d'irrigation sur la qualité microbiologique initiale du fruit ou sur sa sensibilité à la contamination lors de l'extraction. Une telle interprétation reste plausible, mais elle devrait idéalement être confirmée par un plan analytique plus large intégrant la qualité microbiologique de l'eau d'irrigation, la flore de surface des fruits, les conditions de lavage, ainsi que l'évolution des charges microbiennes au cours du stockage réfrigéré (Neggazi *et al*., 2024 ; Dippong *et al*., 2025).

L'ensemble des données microbiologiques indique que les jus analysés étaient microbiologiquement sûrs au moment de l'analyse, avec absence des principaux indicateurs de contamination entérique et des niveaux de flore globale restant limités. Le facteur le plus sensible, dans une perspective de conservation, demeure la flore fongique, puisque ce sont les levures et moisissures qui gouvernent le plus souvent l'altération des jus acides. Ainsi, la conclusion la plus rigoureuse est que les deux traitements ont produit des jus de qualité microbiologique satisfaisante, tout en suggérant une vigilance particulière sur la maîtrise de la flore totale et fongique, surtout dans le cas du traitement EUT si l'objectif est d'optimiser la stabilité au stockage (Margalho *et al*., 2025 ; Dippong *et al*., 2025 ; Guimarães *et al*., 2025).

Tableau 6.Qualité microbiologique des jus d'orange selon le type d'irrigation

Paramètre microbiologique	**Jus d'orange**	**Jus d'orange**	**Norme JORA (1998)**
FMAT (UFC/mL)	2×10^2	35×10^2	/
Coliformes totaux	Absents	Absents	Absents
Coliformes thermotolérants	Absents	Absents	Absents
Levures et moisissures (UFC/mL)	10×10^2	40	10×10^3
Salmonella	Absente	Absente	Absente

8. Corrélation des paramètres

La heatmap montre une opposition nette entre deux groupes de paramètres selon leur réponse au type d'irrigation. Le premier groupe rassemble les variables plus élevées dans le traitement Puits, notamment la matière sèche sans écorce (14,95 contre 13,46 %), la matière sèche avec écorce (17,56 contre 12,43 %), la matière grasse (0,29 contre 0,11 %), les flavonoïdes totaux (7,74 contre 4,23 mg EQ/mL), le DPPH (69 contre 59 %), l'ABTS (74,5 contre 64,2 %, valeur provisoire) et le FRAP (1,86 contre 1,49 mmol TE/L, valeur provisoire). Le second groupe comprend surtout les paramètres plus élevés dans le traitement EUT, à savoir les polyphénols totaux (275,64 contre 81,20 mg EAG/100 mL), les TBARS (1,75 contre 1,22 mg MDA/kg), la FMAT (35×10^2 contre 2×10^2 UFC/mL) et, de façon beaucoup plus modérée, le pH (3,73 contre 3,70).

Le bloc flavonoïdes–DPPH–ABTS–FRAP constitue l'ensemble le plus cohérent de la heatmap. Cette proximité est soutenue par des écarts quantitatifs concordants. Les flavonoïdes totaux diminuent de 3,51 mg EQ/mL sous EUT, soit une baisse de 45,35 % par rapport au traitement Puits. De manière parallèle, l'activité DPPH diminue de 10 points (69 à 59 %), soit −14,49 %, l'ABTS de 10,3 points (74,5 à 64,2 %), soit −13,83 %, et le FRAP de 0,37 mmol TE/L (1,86 à 1,49 mmol TE/L), soit −19,89 %. Cette convergence numérique indique que le traitement EUT est associé à une réduction globale du potentiel antioxydant du jus. La heatmap

montre donc visuellement, et les valeurs confirment, que les paramètres antioxydants évoluent ensemble dans le même sens.

À l'inverse, les TBARS se situent dans le pôle opposé. Leur valeur passe de 1,22 mg MDA/kg dans le traitement Puits à 1,75 mg MDA/kg sous EUT, soit une augmentation de 0,53 mg MDA/kg et de 43,44 %. Cette hausse est particulièrement importante, car elle survient en parallèle d'une baisse de DPPH, ABTS et FRAP. Autrement dit, le traitement EUT combine un affaiblissement de la capacité antioxydante et une augmentation de l'oxydation secondaire. La heatmap traduit donc très clairement une opposition entre, d'un côté, les marqueurs de défense antioxydante et, de l'autre, le marqueur de dégradation oxydative.

Le comportement des polyphénols totaux est l'un des résultats les plus intéressants de la heatmap. Contrairement aux flavonoïdes et aux tests antioxydants, ils augmentent fortement sous EUT, passant de 81,20 mg EAG/100 mL à 275,64 mg EAG/100 mL. L'écart absolu est de 194,44 mg EAG/100 mL, soit une augmentation de 239,46 %, ce qui correspond à une valeur 3,39 fois plus élevée dans le traitement EUT. Cette dissociation est fondamentale : elle montre que l'augmentation des polyphénols totaux ne s'accompagne pas ici d'une augmentation de l'activité antioxydante effective. En d'autres termes, la heatmap indique qu'un signal global élevé en polyphénols n'implique pas nécessairement une meilleure efficacité fonctionnelle. Sur le plan de la discussion, cela soutient fortement l'idée d'une modification qualitative du profil phénolique sous EUT, plutôt qu'une amélioration uniforme de tous les composés bioactifs.

Les paramètres de matière sèche renforcent également le profil favorable du traitement Puits. La matière sèche sans écorce diminue de 14,95 % à 13,46 %, soit une baisse de 1,49 point ou −9,97 % sous EUT. La matière sèche avec écorce chute encore plus fortement, de 17,56 % à 12,43 %, soit −5,13 points et −29,21 %. Cette baisse importante explique leur regroupement dans la heatmap du côté des paramètres plus favorables au traitement Puits. La matière grasse, bien que quantitativement faible, suit la même logique : elle passe de 0,29 % à 0,11 %, soit une diminution de 0,18 point et de 62,07 %. Ces chiffres suggèrent qu'au-delà des seuls marqueurs bioactifs, le traitement Puits est aussi associé à une matrice plus concentrée et potentiellement plus stable.

Les paramètres microbiologiques montrent un profil plus contrasté. La FMAT augmente très fortement sous EUT, passant de 2×10^2 UFC/mL à 35×10^2 UFC/mL, soit un écart de 33×10^2 UFC/mL. Exprimé autrement, cela représente une augmentation de 1650 %, soit une charge environ 17,5 fois plus élevée sous EUT. Cette différence explique pourquoi la FMAT se

retrouve dans la heatmap du côté des paramètres défavorables au traitement EUT. En revanche, les levures et moisissures montrent la tendance inverse, avec 10 × 10^2 UFC/mL dans le traitement Puits contre seulement 40 UFC/mL sous EUT. Cela correspond à une baisse de 960 UFC/mL, soit −96,0 %. Ce comportement opposé confirme que la réponse microbiologique n'est pas homogène : tous les groupes microbiens ne réagissent pas de la même manière au système d'irrigation.

Le pH est le paramètre qui varie le moins entre les deux traitements. Il passe de 3,70 à 3,73, soit un écart de seulement 0,03 unité, ce qui correspond à une variation relative d'environ 0,81 %. Cette faible différence explique sa position plus isolée dans la heatmap. Contrairement aux paramètres antioxydants, microbiologiques ou de composition, le pH ne semble donc pas être un facteur discriminant majeur entre les deux traitements. La structure globale mise en évidence par la heatmap repose bien davantage sur les différences de composition biochimique, de capacité antioxydante et de charge microbienne que sur une modification notable de l'acidité.

Dans l'ensemble, la lecture intégrée des chiffres confirme que le traitement Puits est associé à un profil de qualité plus favorable. Il présente des valeurs plus élevées pour les flavonoïdes (7,74 mg EQ/mL), le DPPH (69 %), l'ABTS (74,5 %), le FRAP (1,86 mmol TE/L), la matière sèche (14,95 et 17,56 %) et la matière grasse (0,29 %), tout en maintenant un niveau plus faible de TBARS (1,22 mg MDA/kg) et de FMAT (2 × 10^2 UFC/mL). À l'inverse, le traitement EUT se distingue par des polyphénols totaux très élevés (275,64 mg EAG/100 mL), mais aussi par une oxydation plus importante (1,75 mg MDA/kg) et une charge microbienne totale plus forte (35 × 10^2 UFC/mL). La heatmap, enrichie par ces valeurs numériques, soutient donc l'idée que l'irrigation par EUT entraîné une réponse plus contrastée, avec amélioration apparente de certains indicateurs chimiques globaux, mais dégradation de plusieurs paramètres fonctionnels et de stabilité.

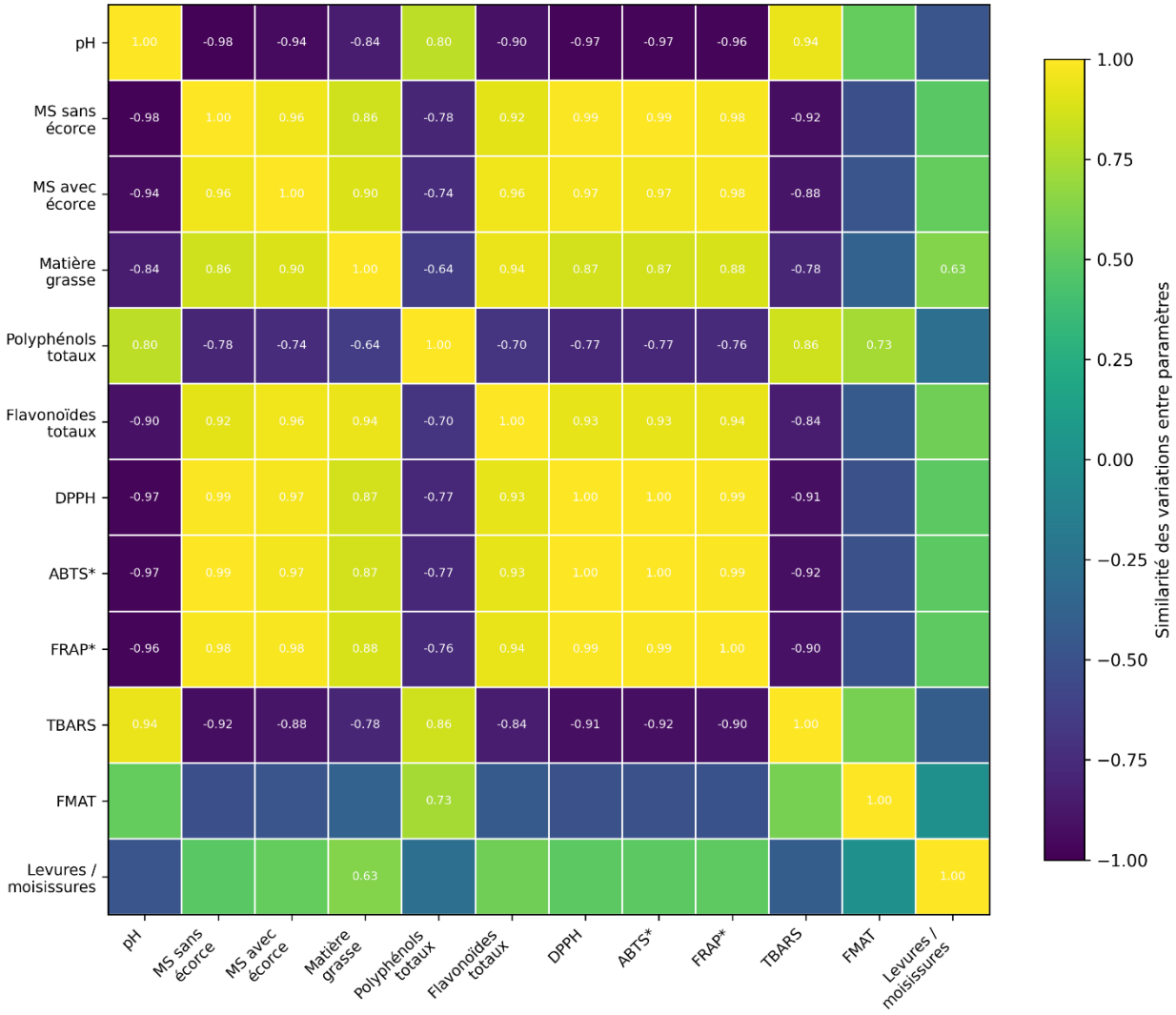

Figure 11.Heatmap de similarité des variations entre les paramètres physicochimiques, biochimiques, antioxydants et microbiologiques des jus d'orange selon le type d'irrigation

9.Conclusion

Cette étude montre que le type d'irrigation influence significativement la qualité du jus d'orange, avec des effets différenciés selon les paramètres considérés. L'irrigation par eau de puits a conduit à des jus présentant un profil globalement plus favorable, caractérisé par des teneurs plus élevées en flavonoïdes, une meilleure activité antioxydante, une plus grande stabilité oxydative et, dans l'ensemble, une qualité microbiologique plus satisfaisante. À l'inverse, l'irrigation par eaux usées traitées a été associée à une augmentation marquée des polyphénols totaux, mais également à une diminution de certains indicateurs fonctionnels et à une hausse des marqueurs d'oxydation et de la flore totale.

Ces résultats montrent que l'enrichissement apparent en polyphénols ne se traduit pas nécessairement par une amélioration de la qualité bioactive réelle du jus. Ainsi, l'effet de

l’irrigation par eaux usées traitées doit être interprété selon une approche intégrative prenant en compte non seulement la composition chimique, mais aussi l’activité antioxydante, la stabilité oxydative et la qualité microbiologique. Des analyses complémentaires ciblant le profil phénolique individuel et l’évolution des paramètres au cours du stockage seraient nécessaires pour confirmer pleinement ces observations.

Chapitre IV — Effet de la source d’eau d’irrigation sur la qualité Physicochimique, lipidique, bioactive et oxydative de l’huile d’olive Chemlal en conditions semi-arides

1. Introduction

L'oléiculture constitue une filière stratégique du bassin méditerranéen, à la fois pour son importance économique, nutritionnelle et environnementale. La production mondiale d'huile d'olive a atteint environ 2,589 millions de tonnes en 2023/2024, puis 3,572 millions de tonnes en 2024/2025, confirmant une reprise importante mais aussi une forte variabilité interannuelle liée aux conditions climatiques, hydriques et agronomiques (International Olive Council, 2025). En Algérie, la production est passée d'environ 64 000 tonnes en 2023/2024 à 85 000 tonnes en 2024/2025, ce qui souligne le potentiel de développement de la filière, mais également sa sensibilité aux contraintes environnementales et techniques (International Olive Council, 2025).

La qualité de l'huile d'olive dépend d'un ensemble de facteurs interdépendants, incluant le cultivar, l'origine géographique, les conditions pédoclimatiques, la disponibilité hydrique, le stade de maturité des olives, les pratiques d'extraction et les conditions de conservation. Des travaux récents sur les huiles d'olive algériennes ont montré que les propriétés physicochimiques, la composition phénolique et le profil en acides gras varient significativement selon les variétés, l'altitude, les caractéristiques du sol et les régions de production (Issaad *et al*., 2024 ; Bendi Djelloul *et al*., 2024). Pour la variété Chemlal, largement cultivée en Algérie, la composition en acides gras, la teneur en composés phénoliques, les pigments, l'acidité libre, l'indice de peroxyde et la stabilité oxydative représentent des indicateurs majeurs de la qualité nutritionnelle, fonctionnelle et commerciale de l'huile (Derdah *et al*., 2024 ; Bendi Djelloul *et al*., 2024).

Dans les zones méditerranéennes semi-arides, la raréfaction des ressources en eau douce constitue aujourd'hui l'un des principaux facteurs limitant la durabilité de l'oléiculture. Les changements climatiques, caractérisés par l'augmentation des températures, la fréquence accrue des sécheresses, l'irrégularité des précipitations et l'intensification des événements extrêmes, menacent directement la production oléicole et la stabilité des rendements (Kaniewski *et al*., 2025 ; Leal Filho *et al*., 2025). Ces pressions climatiques sont particulièrement préoccupantes dans les pays méditerranéens, où les épisodes récents de sécheresse ont entraîné des baisses importantes de production et une forte instabilité du marché de l'huile d'olive (Kaniewski *et al*., 2025 ; WMO, 2025).

Dans ce contexte, la réutilisation des eaux usées traitées apparaît comme une alternative prometteuse pour l'irrigation agricole, notamment dans les régions où l'eau douce devient limitée. Cette approche s'inscrit dans une logique d'économie circulaire, car elle permet de

valoriser une ressource non conventionnelle, de réduire la pression sur les nappes souterraines et de soutenir la productivité agricole dans les zones soumises au stress hydrique. Toutefois, l'utilisation des eaux usées traitées en oléiculture nécessite une évaluation rigoureuse, car leur composition chimique, minérale et microbiologique peut influencer les propriétés du sol, la physiologie de l'arbre, la composition des fruits et la qualité finale de l'huile (Al-Karablieh *et al*., 2025 ; Benguennouna *et al*., 2025).

Des données récentes obtenues sur la variété Chemlal dans la région de Hadjadj, près de Mostaganem, ont montré que la source d'eau d'irrigation peut modifier les propriétés physicochimiques, la composition en acides gras, l'activité antioxydante et certaines propriétés bioactives de l'huile d'olive (Benguennouna et al., 2025). Cette étude a notamment montré que l'huile issue d'arbres irrigués avec des eaux usées traitées présentait des paramètres de qualité favorables, incluant une faible acidité, une faible valeur de peroxyde, une meilleure stabilité oxydative et un profil lipidique intéressant (Benguennouna *et al*., 2025).

Par ailleurs, les composés bioactifs de l'huile d'olive, notamment les polyphénols, tocophérols, pigments et acides gras insaturés, jouent un rôle central dans sa stabilité oxydative, sa valeur nutritionnelle et ses propriétés biologiques. Les variations de ces composés peuvent être influencées par le stress hydrique, la disponibilité minérale, les conditions pédoclimatiques et les pratiques culturales, ce qui justifie l'intégration d'analyses chimiques, antioxydantes et fonctionnelles dans l'évaluation des huiles issues de différents régimes d'irrigation (Derdah *et al*., 2024 ; Zahran *et al*., 2025 ; Sciurba *et al*., 2025).

Cependant, malgré l'intérêt croissant pour cette stratégie, les données disponibles restent limitées concernant l'effet direct des eaux usées traitées sur la qualité nutritionnelle et fonctionnelle de l'huile d'olive algérienne, en particulier pour la variété Chemlal cultivée dans des environnements semi-arides côtiers tels que Mostaganem. Cette lacune est importante, car la réponse de l'olivier peut varier selon la salinité de l'eau, la charge minérale, les caractéristiques du sol, les conditions climatiques locales, le stade de maturité des olives et les conditions d'extraction. Il devient donc nécessaire de comparer plusieurs sources d'eau afin de déterminer si les eaux usées traitées peuvent être utilisées sans compromettre la qualité finale de l'huile.

La présente étude vise ainsi à évaluer l'effet comparatif de trois sources d'eau d'irrigation sur les propriétés physicochimiques, la composition en acides gras et les composés bioactifs de l'huile d'olive issue de la variété Chemlal produite dans la région de Mostaganem.

Cette approche permettra de mieux comprendre le lien entre qualité de l'eau d'irrigation et qualité de l'huile, tout en fournissant des données scientifiques utiles pour promouvoir une oléiculture algérienne plus durable, résiliente et compatible avec les exigences de sécurité, de qualité et de valorisation des ressources hydriques non conventionnelles.

3. Matériel végétal, zone d'étude et échantillonnage

L'étude a été conduite durant la campagne agricole 2023–2024 dans une oliveraie de Chemlal (*Olea europaea* L.) située à Bousquet, dans la région de Hadjadj, wilaya de Mostaganem, au nord-ouest de l'Algérie. Le site expérimental est localisé à proximité du littoral méditerranéen, aux coordonnées approximatives 36°07′15″ N et 0°20′17″ E. La commune couvre une superficie d'environ 92 km² et appartient à une zone méditerranéenne semi-aride, marquée par une longue période sèche et une forte pression hydrique saisonnière.

Durant la campagne étudiée, les températures estivales moyennes ont varié entre 29 et 36 °C, avec des maxima pouvant atteindre 39 °C, tandis que les températures hivernales minimales ont été comprises entre 6 et 14 °C. Ces conditions climatiques sont favorables à la culture de l'olivier, mais peuvent accentuer le stress hydrique durant les phases sensibles du cycle de production, notamment la floraison, la nouaison, le grossissement du fruit et l'accumulation lipidique.

Le matériel végétal était constitué d'oliviers adultes de la variété Chemlal, cultivés dans une parcelle homogène. Les arbres étaient âgés d'environ 10 ans, plantés avec un espacement de 7 m × 7 m, soit une densité théorique d'environ 204 arbres/ha, arrondie à 200 arbres/ha. La parcelle a été divisée selon trois modalités d'irrigation : eau de puits, eau de source et eaux usées traitées. Chaque modalité comprenait environ 50 arbres, soit un total de 150 arbres suivis dans le dispositif expérimental.

Les arbres retenus présentaient une homogénéité apparente en vigueur végétative, volume de frondaison, charge fructifère, état sanitaire et niveau de production. Les arbres présentant des symptômes visibles de dépérissement, de forte attaque parasitaire, de déséquilibre végétatif, de stress sévère ou de production irrégulière ont été exclus afin de réduire la variabilité expérimentale.

Les olives ont été récoltées manuellement au même stade de maturité physiologique afin de limiter l'effet de la maturation sur l'acidité, l'indice de peroxyde, les coefficients UV, la composition en acides gras, les composés phénoliques, les pigments et la stabilité oxydative de

l'huile. Pour chaque modalité d'irrigation, les fruits ont été prélevés sur plusieurs arbres représentatifs, à partir des quatre orientations principales de la frondaison (nord, sud, est et ouest) et à différentes hauteurs accessibles de la couronne. Cette stratégie permet d'obtenir un échantillon composite représentatif de chaque traitement, en limitant l'effet de l'exposition solaire et de la position des fruits dans l'arbre.

Seuls les fruits sains, entiers, non blessés, non infestés et exempts de dessèchement, pourriture, fermentation ou dommage mécanique ont été retenus. Après récolte, les olives ont été placées dans des caisses propres, aérées et étiquetées selon la source d'eau d'irrigation. Les échantillons ont été transportés rapidement au laboratoire afin de limiter l'échauffement, l'hydrolyse enzymatique, la fermentation et l'oxydation précoce. Avant extraction, les fruits ont été triés manuellement afin d'éliminer les feuilles, rameaux, poussières, corps étrangers et fruits altérés.

4. Conduite culturale et techniques culturales

Le verger était conduit selon un système semi-intensif adapté aux conditions méditerranéennes semi-arides. Les arbres étaient conduits en forme de gobelet, avec un tronc principal court et plusieurs charpentières ouvertes autour de l'axe central. Cette architecture favorise la pénétration de la lumière, l'aération de la frondaison, l'équilibre entre croissance végétative et fructification, ainsi que la facilité des opérations culturales.

Une taille annuelle d'entretien était réalisée afin de maintenir une architecture régulière et équilibrée. Elle consistait à éliminer les rameaux secs, cassés, entrecroisés, mal orientés ou situés à l'intérieur de la couronne. Les rejets au pied de l'arbre, les gourmands verticaux et les rameaux non productifs étaient également supprimés. Cette taille permettait de réduire la concurrence interne pour l'eau et les assimilats, d'améliorer l'exposition des rameaux fructifères, de limiter l'alternance de production et d'obtenir une maturation plus homogène des fruits.

La densité de plantation de 7 m × 7 m permettait une distance suffisante entre les arbres pour réduire la compétition hydrique, faciliter la circulation de l'air et permettre une meilleure pénétration lumineuse. Cette disposition offrait également un accès pratique pour les opérations d'irrigation, de taille, de désherbage, de récolte et de surveillance phytosanitaire.

L'entretien du sol était réalisé selon les pratiques locales. Le désherbage était effectué régulièrement, principalement de manière mécanique ou manuelle, afin de limiter la

compétition des adventices pour l'eau et les éléments minéraux. Aucun travail profond du sol n'a été privilégié, afin de préserver la structure du sol, réduire l'érosion, limiter les pertes d'humidité et éviter la perturbation des racines superficielles. Les interventions étaient concentrées autour de la zone humidifiée par les goutteurs, correspondant à la zone racinaire active.

La fertilisation suivait les recommandations techniques locales de la Direction des Services Agricoles de Mostaganem. Les apports fertilisants de référence étaient de 250 kg N/ha, 100 kg P_2O_5/ha et 180 kg K_2O/ha. Pour une densité d'environ 200 arbres/ha, cela correspond approximativement à 1,25 kg N/arbre, 0,50 kg P_2O_5/arbre et 0,90 kg K_2O/arbre par campagne. Ces apports étaient fractionnés au cours du cycle cultural afin d'accompagner la reprise végétative, la floraison, la nouaison, le grossissement des fruits, le durcissement du noyau et l'accumulation lipidique.

L'azote participait au développement végétatif, au renouvellement des rameaux fructifères et à l'activité photosynthétique. Le phosphore contribuait au développement racinaire, à la floraison et au métabolisme énergétique. Le potassium jouait un rôle majeur dans la régulation hydrique, le fonctionnement stomatique, le transport des assimilats, le grossissement des fruits, la tolérance au stress hydrique et la biosynthèse des lipides. Les mêmes pratiques de fertilisation ont été appliquées sur l'ensemble des modalités afin de limiter les facteurs de confusion.

La protection phytosanitaire reposait sur une surveillance régulière du verger. Les arbres étaient inspectés pour détecter les attaques de ravageurs ou les symptômes de maladies, notamment la mouche de l'olive, la cochenille, l'œil de paon, les dessèchements de rameaux et les pourritures des fruits. Les interventions phytosanitaires, lorsqu'elles étaient nécessaires, étaient réalisées de manière raisonnée et homogène sur toute la parcelle.

5. Méthodes d'irrigation

L'irrigation était assurée par un système goutte-à-goutte, adapté aux conditions semi-arides et permettant une distribution localisée de l'eau au niveau de la zone racinaire active. Le système permettait de réduire les pertes par évaporation et ruissellement, d'améliorer l'efficience d'utilisation de l'eau et de maintenir une humidité régulière autour des racines absorbantes.

L’irrigation était appliquée pendant la période sèche, à une fréquence moyenne d’une fois tous les 10 jours. Chaque séance durait entre 2 et 4 heures, permettant une infiltration progressive jusqu’à une profondeur estimée de 40 à 60 cm, correspondant à la principale zone d’absorption racinaire de l’olivier. Cette profondeur permettait de soutenir l’activité physiologique de l’arbre durant les phases critiques, notamment le grossissement du fruit, l’accumulation de matière sèche et la biosynthèse des lipides.

Trois sources d’eau ont été comparées : eau de puits, eau de source et eaux usées traitées. L’eau de puits représentait une ressource souterraine conventionnelle utilisée localement en irrigation agricole. L’eau de source représentait une ressource naturelle alternative. Les eaux usées traitées constituaient une ressource hydrique non conventionnelle, utilisée dans une logique de valorisation durable de l’eau.

La qualité des eaux d’irrigation a été caractérisée par plusieurs paramètres physicochimiques. Pour les eaux usées traitées, les valeurs indicatives étaient les suivantes : température 15,00 °C, pH 7,40, conductivité électrique 2,80 µS/cm, demande chimique en oxygène 58,38 mg/L, demande biologique en oxygène sur cinq jours 29,00 mg/L, ammonium 15,60 mg/L, nitrites 2,55 mg/L et matières en suspension 14,00 mg/L. Ces paramètres permettent d’évaluer la charge organique résiduelle, la minéralisation, le niveau de traitement et la compatibilité de l’eau avec une utilisation agricole.

La comparaison entre les trois modalités d’irrigation permet d’évaluer l’effet de la qualité de l’eau sur les propriétés physicochimiques, la composition en acides gras, les composés bioactifs, l’activité antioxydante et la stabilité oxydative de l’huile d’olive Chemlal. Les autres pratiques culturales ont été maintenues aussi homogènes que possible afin que les différences observées soient principalement attribuables à la source d’eau d’irrigation.

6. Extraction, conditionnement et analyses physicochimiques de l’huile d’olive

6.1. Échantillonnage, extraction et conservation des huiles

Les huiles d’olive analysées ont été obtenues à partir d’olives monovariétales de Chemlal (*Olea europaea* L.) récoltées durant la campagne oléicole 2023–2024 dans la région de Hadjadj–Bousquet, wilaya de Mostaganem, Algérie. Les échantillons correspondaient aux trois modalités d’irrigation étudiées : eau de puits, eau de source et eaux usées traitées. Après récolte, les olives ont été triées manuellement afin d’éliminer les feuilles, rameaux, olives blessées, infestées, fermentées ou présentant des signes d’altération. Les fruits retenus ont été

lavés à l'eau claire, égouttés, puis transformés dans un délai aussi court que possible afin de limiter l'hydrolyse enzymatique, la fermentation et l'oxydation précoce.

L'extraction a été réalisée selon un procédé traditionnel comprenant le broyage, le malaxage, le pressage hydraulique, la décantation et la séparation de l'huile. Le broyage a permis la rupture des cellules oléifères et la libération des microgouttelettes d'huile. La pâte d'olive obtenue a été malaxée pendant 20–40 min à une température contrôlée d'environ 25–30 °C, afin de favoriser la coalescence des gouttelettes d'huile tout en limitant la perte des composés volatils et phénoliques. Après pressage, le moût huileux a été soumis à une décantation naturelle afin de séparer l'huile de l'eau de végétation et des particules solides.

Les huiles obtenues ont été conditionnées dans des flacons en verre propres, secs et hermétiquement fermés, d'une capacité de 1 L. Les flacons ont été remplis en limitant l'espace de tête, puis conservés à l'abri de la lumière, de l'air et de la chaleur, à une température modérée d'environ 15–20 °C, jusqu'aux analyses. Ces précautions visaient à réduire les réactions d'oxydation, la dégradation des pigments, la perte des composés phénoliques et l'altération des propriétés sensorielles.

6.2. Détermination de l'acidité libre

L'acidité libre a été déterminée par titration alcalimétrique selon les méthodes officielles du Conseil oléicole international. Environ 5 g d'huile ont été pesés avec précision dans un erlenmeyer, puis dissous dans un mélange neutralisé éthanol/éther diéthylique (1:1, v/v). Quelques gouttes de phénolphtaléine ont été ajoutées comme indicateur. La solution a ensuite été titrée avec une solution de KOH 0,1 N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle persistante pendant environ 30 s. Peralta *et al*. (2025) et Kyçyk *et al*. (2026).

Les résultats ont été exprimés en g d'acide oléique/100 g d'huile selon la formule suivante :

$$\text{Acidité libre (\%)} = \frac{\text{V x N x 28.2}}{\text{m}}$$

où V représente le volume de KOH utilisé, N la normalité de la solution de KOH et m la masse d'huile analysée. Ce paramètre permet d'évaluer le degré d'hydrolyse des triglycérides et la libération d'acides gras libres. Une acidité élevée peut indiquer une mauvaise qualité des fruits, un délai prolongé avant extraction ou des conditions de stockage défavorables. Pour l'huile d'olive vierge extra, la limite réglementaire est fixée à ≤ 0,8 g d'acide oléique/100 g d'huile.

6.3. Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde a été déterminé afin d'évaluer les produits primaires de l'oxydation lipidique, principalement les hydroperoxydes. Environ 2–5 g d'huile ont été introduits dans un erlenmeyer, puis dissous dans un mélange acide acétique/chloroforme (3 :2, v/v). Une solution saturée d'iodure de potassium a été ajoutée, puis le mélange a été maintenu à l'obscurité pendant quelques minutes afin de permettre la libération de l'iode par réaction avec les peroxydes présents. Peralta *et al*. (2025) et Kyçyk *et al*. (2026).

L'iode libéré a été titré avec une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N, en présence d'amidon comme indicateur. Un blanc a été réalisé dans les mêmes conditions. L'indice de peroxyde a été exprimé en meq O_2/kg d'huile selon la formule :

$$\mathrm{Pv} = \frac{(\mathrm{V} - V_0)x\ Nx\ 100}{\mathrm{m}}$$

où V est le volume de thiosulfate utilisé pour l'échantillon, V_0 celui du blanc, N la normalité du thiosulfate et m la masse d'huile analysée. Pour les huiles d'olive vierges extra, la valeur doit généralement rester inférieure ou égale à 20 meq O_2/kg.

6.4. Détermination des coefficients K232, K270 et ΔK

Les coefficients d'extinction spécifique dans l'ultraviolet ont été déterminés par spectrophotométrie UV-visible. Une solution d'huile à 1 % (m/v) a été préparée dans l'iso-octane, puis l'absorbance a été mesurée dans une cuve en quartz de 10 mm aux longueurs d'onde 232 nm, 266 nm, 270 nm et 274 nm. Derdah *et al*. (2024).

Le coefficient K232 renseigne principalement sur la présence de diènes conjugués, associés aux produits primaires d'oxydation. Le coefficient K270 reflète davantage les triénes conjugués et certains produits secondaires d'oxydation, comme les aldéhydes et cétones. Le paramètre ΔK a été calculé afin de détecter certaines altérations oxydatives ou anomalies de qualité.

$$\Delta K = K_{270} - \frac{K_{266} + K_{274}}{2}$$

Ces indices permettent d'apprécier l'état oxydatif global de l'huile et complètent l'acidité libre et l'indice de peroxyde.

6.5. Dosage des composés phénoliques totaux

Les composés phénoliques totaux ont été déterminés après extraction de la fraction polaire de l'huile. Une masse connue d'huile a été mélangée avec un solvant méthanol/eau (80 :20, v/v), puis agitée vigoureusement afin de favoriser le transfert des composés phénoliques vers la phase hydroalcoolique. Après séparation des phases, l'extrait méthanolique a été récupéré pour l'analyse.

Le dosage a été réalisé par la méthode de Folin–Ciocalteu. Un volume d'extrait a été mélangé avec le réactif de Folin–Ciocalteu, puis une solution de carbonate de sodium Na_2CO_3 à 7,5 % a été ajoutée. Le mélange a été incubé pendant 40 min à l'obscurité à température ambiante. L'absorbance a ensuite été mesurée à 765 nm contre un blanc. Les résultats ont été exprimés en mg d'équivalent acide gallique/kg d'huile à partir d'une courbe d'étalonnage préparée avec l'acide gallique. Peralta *et al*. (2025) et Kyçyk *et al*. (2026)

Les composés phénoliques sont des marqueurs importants de la qualité fonctionnelle de l'huile d'olive, car ils contribuent à l'activité antioxydante, à l'amertume, au piquant et à la stabilité oxydative.

6.6. Évaluation de l'activité antioxydante par DPPH

L'activité antioxydante a été évaluée par le test DPPH. Une solution méthanolique de DPPH à 0,1 mM a été préparée fraîchement. Un volume défini d'extrait phénolique a été mélangé avec la solution de DPPH, puis incubé pendant 30 min à l'obscurité. L'absorbance a été mesurée à 517 nm. Kyçyk *et al*. (2026).

Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH a été calculé selon la formule :

$$Inhibition\ (\%) = \frac{A_0 - A_1}{A_0} x\ 100$$

où A_0 correspond à l'absorbance du témoin et A_1 à l'absorbance de l'échantillon. Les résultats peuvent également être exprimés en équivalent Trolox lorsque la courbe d'étalonnage correspondante est utilisée.

6.7. Détermination du profil en acides gras par GC-FID

Le profil en acides gras a été déterminé après conversion des acides gras en esters méthyliques d'acides gras. Une aliquote d'huile a été soumise à une réaction de transestérification à l'aide d'une solution méthanolique alcaline, puis les esters méthyliques

obtenus ont été extraits dans une phase organique avant injection en chromatographie en phase gazeuse.

L'analyse a été réalisée par GC-FID à l'aide d'une colonne capillaire de type HP-88 ou équivalente, de dimensions 100 m × 0,25 mm × 0,20 µm. Le gaz vecteur utilisé était l'hélium, avec un débit d'environ 1 mL/min. La température de l'injecteur a été fixée à 250 °C et celle du détecteur à 280 °C. Le volume d'injection était de 1 µL, en mode split.

Le programme de température du four peut être appliqué comme suit : température initiale de 140 °C, maintenue pendant quelques minutes, puis augmentation progressive jusqu'à 220 °C, avec maintien final afin d'assurer l'élution complète des acides gras. Les acides gras ont été identifiés par comparaison de leurs temps de rétention avec ceux de standards commerciaux de FAMEs. Les résultats ont été exprimés en pourcentage relatif du total des acides gras identifiés. Derdah *et al*. (2024),

Les principaux acides gras recherchés étaient : C16 :0 acide palmitique, C16 :1 acide palmitoléique, C18 :0 acide stéarique, C18 :1 acide oléique, C18 :2 acide linoléique et C18 :3 acide linolénique. Cette analyse permet d'évaluer la qualité nutritionnelle, le degré d'insaturation et la stabilité oxydative potentielle des huiles.

6.8. Indice d'iode et indice de saponification

L'indice d'iode a été déterminé afin d'estimer le degré global d'insaturation de l'huile. Il a été exprimé en g I_2/100 g d'huile. Une valeur élevée traduit une proportion plus importante de doubles liaisons dans les acides gras, notamment les acides gras monoinsaturés et polyinsaturés.

L'indice de saponification a été exprimé en mg KOH/g d'huile. Il renseigne sur la masse moléculaire moyenne des acides gras constituant les triglycérides. Ces deux indices complètent l'analyse du profil lipidique et permettent une meilleure caractérisation chimique des huiles obtenues. Peralta *et al*. (2025) et Kyçyk *et al*. (2026)

7. Indice de siccativité

L'indice de siccativité a été utilisé comme paramètre complémentaire d'évaluation du comportement oxydatif de l'huile. Bien qu'il soit plus couramment appliqué aux huiles siccatives à usage industriel, il peut fournir une indication indirecte sur la tendance d'une huile végétale à former un film oxydé au contact de l'air, phénomène influencé par le degré d'insaturation lipidique.

Une masse connue d'huile a été déposée sous forme d'une couche mince et homogène sur une surface propre, sèche et plane. Les échantillons ont été exposés à l'air libre à température ambiante contrôlée, à l'abri de la poussière et de la lumière directe. Après la période d'exposition, l'épaisseur ou la hauteur de la couche formée a été mesurée à l'aide d'un dispositif gradué. L'indice de siccativité a été calculé selon la formule suivante :

$$\text{Indice de siccativité} = \frac{Hauteur\ de\ la\ couche\ formée\ (mm)}{\text{masse de l'échantillon (g)}}$$

Les résultats ont été exprimés en mm/g. Une valeur élevée traduit une plus grande tendance au séchage oxydatif, généralement associée à une proportion plus importante d'acides gras insaturés. Toutefois, dans le cadre d'une huile alimentaire telle que l'huile d'olive, cet indice a été interprété uniquement comme un indicateur complémentaire et non comme un critère principal de qualité. Derdah *et al*. (2024),

7.1. Indice de réfraction

L'indice de réfraction a été déterminé conformément au principe de la norme ISO 6320 :2017 applicable aux corps gras d'origine animale et végétale. L'analyse a été réalisée à l'aide d'un réfractomètre préalablement calibré avec de l'eau distillée ou un liquide de référence approprié. L'échantillon d'huile a été homogénéisé, filtré si nécessaire, puis quelques gouttes ont été déposées sur le prisme propre et sec de l'appareil, en évitant la formation de bulles d'air.

La mesure a été effectuée à température contrôlée, idéalement à 20 °C, car l'indice de réfraction varie avec la température. Après stabilisation de l'échantillon, la valeur a été lue directement sur l'appareil. Le prisme a été nettoyé soigneusement après chaque mesure à l'aide d'un solvant approprié, puis séché avant l'analyse suivante. Peralta *et al*. (2025) .

L'indice de réfraction constitue un paramètre physique complémentaire permettant d'apprécier indirectement la composition lipidique, le degré d'insaturation et la pureté de l'huile. Pour l'huile d'olive, les valeurs se situent généralement autour de 1,4677–1,4705 à 20 °C, selon la composition en acides gras et l'état d'oxydation. Une variation importante de cet indice peut indiquer une modification de la composition lipidique, une oxydation avancée ou une éventuelle adultération.

7.2. Dosage des caroténoïdes totaux

La teneur en caroténoïdes totaux de l'huile d'olive a été déterminée par spectrophotométrie UV-visible après dilution de l'échantillon dans le cyclohexane, selon la méthode utilisée pour les huiles d'olive vierges par Derdah *et al*. (2024), Peralta *et al*. (2025) et Kyçyk *et al*. (2026). Une masse de 7,5 g d'huile a été dissoute dans 25 mL de cyclohexane, puis la solution a été homogénéisée jusqu'à obtention d'un mélange limpide. L'absorbance a été mesurée à 470 nm dans une cuve en quartz de 1 cm de trajet optique, en utilisant le cyclohexane comme blanc. Les caroténoïdes, principalement associés aux teintes jaunes à orangées de l'huile, absorbent dans cette zone du spectre visible et constituent des indicateurs importants de la richesse pigmentaire et de la stabilité oxydative de l'huile. La teneur en caroténoïdes a été exprimée en mg/kg d'huile, selon la formule suivante :

$$\text{Caroténoides mg} = \frac{A_{470}\, x\, 10^6}{2000\, x\, 100\, x\, T}$$

Où A470 correspond à l'absorbance mesurée à 470 nm, 2000 au coefficient d'extinction du β-carotène dans l'huile, et T au trajet optique de la cuve, exprimé en cm. Cette analyse permet d'évaluer la richesse pigmentaire de l'huile et sa contribution potentielle à la stabilité oxydative et à la couleur finale du produit. Les mesures à 470 nm pour les caroténoïdes et 670 nm pour les chlorophylles sont couramment utilisées dans les études récentes sur les huiles d'olive.

7.3. Dosage des chlorophylles totales

La teneur en chlorophylles totales a été déterminée par spectrophotométrie UV-visible après dilution de l'huile dans le cyclohexane, selon l'approche décrite pour les pigments des huiles d'olive par Derdah *et al*. (2024), Mehany *et al*. (2025) et Kyçyk *et al*. (2026). Une masse de 7,5 g d'huile a été dissoute dans 25 mL de cyclohexane, puis l'absorbance a été mesurée à 670 nm dans une cuve de 1 cm, contre un blanc de cyclohexane. Cette longueur d'onde correspond principalement à l'absorption des chlorophylles et de leurs dérivés, notamment les phéophytines. La teneur en chlorophylles a été exprimée en mg/kg d'huile, selon la formule suivante :

$$\text{Chlorophylles (mg/kg)} = \frac{A_{670}\ \ x\, 10^6}{613 \text{ x } 100 \text{ x } \text{T}}$$

Où A670 correspond à l'absorbance mesurée à 670 nm, 613 au coefficient d'extinction des chlorophylles dans l'huile, et T au trajet optique de la cuve. Les chlorophylles contribuent à la couleur verte de l'huile, mais peuvent également agir comme photosensibilisateurs en présence de lumière, favorisant la photo-oxydation. Leur détermination est donc importante pour interpréter la couleur, la fraîcheur et la sensibilité oxydative de l'huile.

7.4. Dosage des flavonoïdes totaux

La teneur en flavonoïdes totaux a été déterminée par la méthode colorimétrique au chlorure d'aluminium, selon le principe décrit par Santangelo *et al*. (2018) et appliqué aux extraits végétaux riches en composés phénoliques. Cette méthode repose sur la formation d'un complexe jaunâtre entre les ions aluminium et les groupements hydroxyles des flavonoïdes. Un volume défini d'extrait méthanolique de l'huile a été mélangé avec une solution de chlorure d'aluminium, puis incubé à température ambiante et à l'abri de la lumière. L'absorbance a été mesurée à 415 nm.

Les résultats ont été exprimés en mg équivalent quercétine/kg d'huile ou en mg/kg d'huile, selon le standard utilisé pour la courbe d'étalonnage. La teneur en flavonoïdes a été calculée selon l'équation suivante :

Flavonoïdes (mg/kg) =A415×V×P01000×a

$$\text{Flavonoïdes } \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) = A_{415}\ x\ V\ x\ \frac{1000}{P_0}\ x\ a$$

où A415 représente l'absorbance à 415 nm, V le volume de l'extrait méthanolique, P0 la masse de l'échantillon et a le coefficient obtenu à partir de la courbe d'étalonnage. Les flavonoïdes constituent une fraction spécifique des composés phénoliques et participent à la capacité antioxydante globale de l'huile.

7.5. Teneur en eau et matières volatiles

La teneur en eau et matières volatiles a été déterminée par dessiccation gravimétrique, conformément au principe de la méthode ISO 662 mentionnée par l'International Olive Council (2024) parmi les méthodes de référence pour les huiles d'olive et huiles de grignons d'olive. Une masse connue d'huile a été introduite dans une capsule préalablement séchée et tarée, puis placée à l'étuve à 103 ± 2 °C pendant 2 h ou jusqu'à masse constante. Après séchage, la capsule a été refroidie dans un dessiccateur, puis pesée.

La teneur en eau et matières volatiles a été exprimée en % selon la formule :

$$\text{Humidité (\%)} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0}\ x\ 100$$

Où m0 correspond à la masse de la capsule vide, m1 à la masse de la capsule contenant l'huile avant séchage, et m2 à la masse après séchage. Ce paramètre est important, car une teneur élevée en eau peut favoriser l'hydrolyse des triglycérides, l'augmentation de l'acidité libre et l'altération de la stabilité de l'huile pendant le stockage.

7.6. Matières minérales / cendres

La teneur en matières minérales a été déterminée par calcination, selon le principe gravimétrique classique utilisé pour l'évaluation des résidus minéraux dans les matrices alimentaires lipidiques, tel que rapporté dans les méthodes AFNOR (1985). Une masse connue d'huile a été placée dans un creuset préalablement calciné, refroidi et taré. L'échantillon a ensuite été incinéré progressivement dans un four à moufle à 550 °C pendant 4 h, jusqu'à obtention d'un résidu minéral stable. Après refroidissement dans un dessiccateur, le creuset a été pesé.

La teneur en cendres a été exprimée en % selon la formule :

$$\text{Cendres (\%)} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}\ x\ 100$$

où m0 correspond à la masse du creuset vide, m1 à la masse du creuset contenant l'échantillon avant calcination, et m2 à la masse du creuset après calcination. Ce paramètre donne une estimation globale des résidus minéraux présents dans l'huile. Dans une huile d'olive correctement clarifiée et filtrée, cette fraction reste généralement faible ; des valeurs élevées peuvent indiquer une présence excessive de particules, de traces minérales ou d'impuretés résiduelles.

7.7. Substances réactives à l'acide thiobarbiturique

L'indice TBARS a été utilisé comme indicateur complémentaire de la peroxydation lipidique secondaire, selon le principe de la réaction entre l'acide thiobarbiturique et les composés aldéhydiques issus de l'oxydation des lipides, notamment le malondialdéhyde. Une masse de 0,1 g d'huile a été mélangée avec une solution de TBA 0,67 %, puis chauffée au bain-marie à 95 °C pendant 60 min. Après refroidissement à température ambiante, les tubes ont été centrifugés afin de séparer les phases, puis l'absorbance de la phase analysée a été mesurée à

532 nm. Des protocoles récents appliqués aux matrices lipidiques utilisent également le signal à 532 nm pour quantifier les produits de peroxydation secondaire sous forme d'équivalents MDA (Trajkovska *et al*., 2024 ; Ammar *et al*., 2025).

Les résultats ont été exprimés en mg équivalent MDA/kg d'huile lorsqu'une courbe d'étalonnage au malondialdéhyde ou au tétraméthoxypropane était disponible. À défaut, les résultats peuvent être exprimés en absorbance relative à 532 nm. Une valeur élevée de TBARS indique une oxydation secondaire plus importante et une moindre stabilité oxydative de l'huile.

Composition de l'huile d'olive en acides gras par GC-MS

La composition en acides gras de l'huile d'olive a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) après conversion des lipides en esters méthyliques d'acides gras (FAMEs). Cette étape de dérivatisation permet d'augmenter la volatilité des acides gras, d'améliorer leur stabilité thermique et d'optimiser leur séparation chromatographique. La préparation des FAMEs a été réalisée selon le principe de transestérification alcaline recommandé pour les huiles d'olive par l'International Olive Council (2018) et conformément au domaine d'application de la norme ISO 24363 :2023, qui couvre la détermination des FAMEs de C12 à C24, incluant les acides gras saturés, monoinsaturés, polyinsaturés et certains isomères cis/trans dans l'huile d'olive et les huiles végétales.

Brièvement, une aliquote d'environ 0,10 g d'huile d'olive a été introduite dans un tube en verre propre et sec, puis dissoute dans 2 mL de n-heptane. Ensuite, 0,2 mL de solution de méthanolate de potassium ou de KOH méthanolique (2 N) a été ajouté. Le mélange a été agité vigoureusement pendant 30 s, puis laissé au repos pendant environ 5 min à température ambiante afin de permettre la séparation des phases. La phase organique supérieure, contenant les FAMEs, a été soigneusement récupérée et transférée dans un flacon d'injection GC muni d'un insert. Lorsque nécessaire, la solution a été filtrée à travers une membrane PTFE 0,22 µm avant injection afin d'éliminer les particules résiduelles.

L'analyse chromatographique a été réalisée à l'aide d'un système Shimadzu GCMS-QP2020 NX, équipé d'un injecteur split/splitless et d'un détecteur de masse. La séparation des FAMEs a été effectuée sur une colonne capillaire polaire adaptée aux acides gras, de type SH-Rt-2560, HP-88 ou équivalente, de dimensions approximatives 100 m × 0,25 mm × 0,20 µm. L'hélium a été utilisé comme gaz vecteur, avec un débit constant de 1,0 mL/min. Le volume

d'injection était de 1 µL, en mode split, avec un ratio split recommandé de 1 :50 afin d'éviter la surcharge de la colonne.

La température de l'injecteur a été fixée à 250 °C. Le programme du four a été établi comme suit : température initiale de 140 °C, maintenue pendant 5 min, puis augmentation à raison de 4 °C/min jusqu'à 220 °C, suivie d'un maintien final de 10 min afin d'assurer l'élution complète des FAMEs à longue chaîne. L'interface GC-MS a été maintenue à 280 °C et la source d'ionisation à 230 °C. L'ionisation a été réalisée en mode impact électronique (EI) à 70 eV, avec acquisition en mode scan sur une gamme de masse m/z 40–500. Des conditions similaires sont couramment utilisées pour l'analyse GC-MS des FAMEs sur des systèmes mono-quadripolaires, y compris le GCMS-QP2020 NX (Shimadzu, 2025).

Les acides gras ont été identifiés par comparaison des temps de rétention et des spectres de masse avec ceux d'un mélange standard commercial de FAMEs, ainsi qu'avec les bibliothèques spectrales disponibles, telles que NIST. Les principaux acides gras recherchés étaient l'acide palmitique (C16 :0), l'acide palmitoléique (C16 :1), l'acide stéarique (C18 :0), l'acide oléique (C18 :1), l'acide linoléique (C18 :2) et l'acide linolénique (C18 :3). Les acides gras minoritaires éventuellement détectés, notamment C14 :0, C17 :0, C20 :0, C20 :1, C22 :0 et C24 :0, ont également été rapportés lorsque leur identification était fiable.

La quantification a été réalisée par normalisation des aires des pics chromatographiques. Les résultats ont été exprimés en pourcentage relatif du total des acides gras identifiés. Cette approche permet de comparer les profils lipidiques entre les huiles issues des différentes sources d'irrigation. Lorsqu'un standard interne est disponible, par exemple le méthyl nonadécanoate (C19 :0), il peut être ajouté avant la transestérification afin d'améliorer la précision quantitative. Dans ce cas, les résultats peuvent également être exprimés en mg/g d'huile ou en g/100 g d'acides gras totaux. Des travaux récents sur l'huile d'olive montrent que l'interprétation du profil en acides gras, en particulier les proportions d'acide oléique, palmitique et linoléique, constitue un critère important pour l'évaluation de la qualité nutritionnelle, de l'authenticité et de la stabilité oxydative des huiles (Toplu *et al*., 2025).

8.Analyse statistique

Toutes les analyses ont été réalisées en triplicat (n = 3) et les résultats ont été exprimés en moyenne ± écart-type. La normalité des données a été vérifiée par le test de Shapiro–Wilk et l'homogénéité des variances par le test de Levene. Les différences entre les huiles issues des

trois modalités d'irrigation (eau de puits, eau de source et eaux usées traitées) ont été évaluées par une ANOVA à un facteur, suivie du test post hoc de Tukey HSD. Le seuil de significativité a été fixé à $p < 0,05$. Les analyses statistiques ont été réalisées avec IBM SPSS Statistics version 29. Les lettres différentes dans les tableaux ou figures indiquent des différences significatives entre les traitements.

III.Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile d'olive

1. Les indices

Les indices physicochimiques révèlent des différences nettes entre les trois huiles étudiées : Huile EUT, Huile EP et Huile Béjaïa. Globalement, l'huile EP présente le meilleur profil hydrolytique, l'huile EUT montre la meilleure stabilité oxydative primaire et le plus haut degré d'insaturation, tandis que l'huile de Béjaïa présente les valeurs les plus élevées d'acidité, d'indice d'acide et d'indice de peroxyde, suggérant une altération hydrolytique et oxydative plus avancée

Tableau 7.Indices physicochimiques des échantillons d'huile d'olive

Paramètres	Unité	Huile EUT	Huile EP	Huile Béjaïa
Indice d'acide	mg KOH/g d'huile	$3,94 \pm 0,06^{b}$	$2,87 \pm 0,16^{c}$	$5,06 \pm 0,15^{a}$
Acidité libre	% acide oléique	$1,99 \pm 0,04^{b}$	$1,45 \pm 0,05^{c}$	$2,53 \pm 0,05^{a}$
Indice de saponification	mg KOH/g d'huile	$181,02 \pm 27,14^{c}$	$191,28 \pm 17,08^{b}$	$194,04 \pm 4,54^{a}$
Indice de peroxyde	meq O_2/kg d'huile	$6,80 \pm 1,14^{c}$	$9,79 \pm 0,92^{b}$	$14,60 \pm 0,85^{a}$

Indice d'iode	g I_2/100 g d'huile	93,90 ± 1,11[a]	85,90 ± 0,40[b]	77,54 ± 0,57[c]
Indice de siccativité	mm/h	7,73 ± 0,11	7,40 ± 0,34	7,20 ± 0,00
Indice de réfraction	—	1,468 ± 0,002[a]	1,462 ± 0,002[b]	1,456 ± 0,002[c]

Les valeurs sont exprimées en moyenne ± écart-type. Les lettres différentes sur la même ligne indiquent des différences significatives entre les échantillons à $p < 0,05$.

L'indice d'acide et l'acidité libre suivent exactement la même tendance : Béjaïa > EUT > EP. L'huile de Béjaïa présente l'acidité libre la plus élevée (2,53 ± 0,05 %) et l'indice d'acide le plus important (5,06 ± 0,15 mg KOH/g), ce qui traduit une hydrolyse plus marquée des triacylglycérols et une accumulation plus importante d'acides gras libres. À l'inverse, l'huile EP affiche les valeurs les plus faibles (1,45 ± 0,05 % ; 2,87 ± 0,16 mg KOH/g), indiquant une meilleure maîtrise de la qualité des fruits, du délai entre récolte et trituration, ou des conditions de stockage. Selon les standards du Conseil oléicole international, l'acidité libre maximale est de 0,8 % pour une huile vierge extra et de 2,0 % pour une huile vierge ; ainsi, EP et EUT peuvent être rapprochées de la catégorie vierge, tandis que Béjaïa dépasse ce seuil et correspond davantage à une huile vierge ordinaire sur ce critère seul (International Olive Council, 2024).

Cette augmentation de l'acidité dans l'huile de Béjaïa peut être liée à plusieurs facteurs post-récolte : fruits blessés, délai prolongé avant extraction, stockage des olives dans des conditions défavorables, fermentation partielle ou activité lipasique plus importante. Des travaux récents ont montré que le stockage des olives avant trituration augmente l'acidité libre, l'indice de peroxyde et les coefficients UV, tout en réduisant les composés bioactifs comme les phénols, caroténoïdes et chlorophylles (Kyçyk *et al*., 2026). De même, Vendrell Calatayud *et al*. (2024) ont montré que le stockage de l'huile peut accentuer les processus oxydatifs et modifier la fraction phénolique, ce qui confirme que l'acidité ne dépend pas uniquement de l'origine géographique, mais aussi de toute la chaîne technologique.

L'indice de saponification varie de 181,02 ± 27,14 mg KOH/g pour l'huile EUT à 194,04 ± 4,54 mg KOH/g pour l'huile de Béjaïa. Les valeurs de EP (191,28 ± 17,08 mg KOH/g) et Béjaïa se situent dans la plage habituellement attendue pour l'huile d'olive, alors que EUT présente une valeur moyenne légèrement plus basse avec une dispersion importante. L'indice de saponification est inversement lié à la masse moléculaire moyenne des acides gras : une

valeur plus élevée indique généralement une proportion relativement plus importante d'acides gras à chaînes plus courtes ou de triglycérides de masse moléculaire plus faible. Gerolim *et al*. (2025) rappellent que les paramètres requis pour l'huile d'olive incluent notamment l'acidité, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode, l'indice de saponification et les limites de composition en acides gras, ce qui justifie l'interprétation de cet indice avec le profil lipidique global.

La valeur plus faible de l'indice de saponification dans l'huile EUT ne doit donc pas être interprétée isolément comme un signe de mauvaise qualité. Elle peut traduire une composition triglycéridique légèrement différente, possiblement liée à une proportion plus élevée d'acides gras à chaîne longue ou à une variabilité analytique importante. Cette hypothèse est cohérente avec la valeur élevée de l'indice d'iode observée dans EUT, qui suggère une fraction plus importante d'acides gras insaturés. Cependant, seule l'analyse détaillée par GC-MS ou GC-FID permet de confirmer cette interprétation à partir des proportions réelles de C16 :0, C18 :0, C18 :1, C18 :2 et C18 :3.

L'indice de peroxyde montre une tendance inversement favorable pour l'huile EUT, qui présente la valeur la plus faible (6,80 ± 1,14 meq O_2/kg), suivie de EP (9,79 ± 0,92 meq O_2/kg) et de Béjaïa (14,60 ± 0,85 meq O_2/kg). Ces trois valeurs restent inférieures à la limite de 20 meq O_2/kg fixée pour les huiles d'olive vierges, ce qui indique que les huiles ne présentent pas une oxydation primaire excessive au moment de l'analyse (International Olive Council, 2024). Toutefois, la valeur plus élevée de Béjaïa indique une formation plus importante d'hydroperoxydes, probablement liée à une exposition plus forte à l'oxygène, à la lumière, à la chaleur, à un délai prolongé avant extraction ou à une moindre richesse en antioxydants naturels.

La faible valeur de l'indice de peroxyde dans EUT est particulièrement intéressante, car elle suggère que l'irrigation par eaux usées traitées n'a pas entraîné une oxydation primaire plus importante. Au contraire, ce résultat rejoint les observations de Benguennouna *et al*. (2025), qui ont rapporté que les huiles issues d'oliviers irrigués avec des eaux usées traitées présentaient une acidité de 1,99 %, un indice de peroxyde de 6,8 meq O_2/kg, une meilleure stabilité oxydative et une composition lipidique favorable. Des travaux récents sur les régimes hydriques montrent également que l'irrigation peut avoir un effet modéré mais réel sur les paramètres standards de qualité, notamment l'acidité libre, l'indice de peroxyde, K232, K270 et la composition en acides gras (Sben Mansour-Gueddes *et al*., 2025 ; Brkić Bubola *et al*., 2022).

L'indice d'iode présente la tendance suivante : EUT > EP > Béjaïa, avec des valeurs respectives de 93,90 ± 1,11, 85,90 ± 0,40 et 77,54 ± 0,57 g I_2/100 g d'huile. Ces valeurs restent

dans la plage généralement admise pour l'huile d'olive, mais elles montrent des différences importantes dans le degré d'insaturation. L'huile EUT, avec l'indice d'iode le plus élevé, semble plus riche en acides gras insaturés, notamment en acide oléique et/ou linoléique. À l'inverse, la valeur plus faible observée pour Béjaïa suggère une huile relativement moins insaturée, potentiellement plus riche en acides gras saturés ou monoinsaturés moins réactifs que les polyinsaturés. L'indice d'iode doit cependant être interprété avec prudence, car il ne distingue pas les différentes familles d'acides gras ; il doit donc être associé au profil GC-MS des FAMEs.

L'association entre un indice d'iode élevé et un indice de peroxyde faible dans l'huile EUT est particulièrement favorable. En théorie, une huile plus insaturée peut être plus sensible à l'oxydation, car les doubles liaisons sont des sites préférentiels d'attaque radicalaire. Toutefois, dans le cas de EUT, la faible valeur de peroxyde suggère que cette insaturation est probablement compensée par une meilleure protection antioxydante naturelle, une meilleure fraîcheur ou une transformation plus maîtrisée. Cette hypothèse devra être confirmée par les teneurs en polyphénols, caroténoïdes, chlorophylles, TBARS et par les résultats DPPH.

L'indice de siccativité varie faiblement entre les huiles, avec 7,73 ± 0,11 pour EUT, 7,40 ± 0,34 pour EP et 7,20 ± 0,00 pour Béjaïa. Ces différences sont limitées et doivent être interprétées avec prudence, car l'huile d'olive est une huile non siccative et cet indice est beaucoup plus pertinent pour les huiles utilisées dans les peintures, vernis ou revêtements. Dans cette étude, il peut seulement être considéré comme un indicateur complémentaire indirect du comportement oxydatif lié à l'insaturation. La tendance observée, avec une valeur plus élevée pour EUT, est cohérente avec son indice d'iode plus élevé, mais elle ne doit pas être utilisée comme critère principal de qualité alimentaire.

L'indice de réfraction suit également la tendance EUT > EP > Béjaïa, avec des valeurs de 1,468 ± 0,002, 1,462 ± 0,002 et 1,456 ± 0,002, respectivement. L'indice de réfraction est influencé par le degré d'insaturation, la longueur des chaînes d'acides gras et la composition globale en triglycérides. La valeur plus élevée de l'huile EUT est cohérente avec son indice d'iode plus élevé, suggérant une proportion plus importante de composés insaturés. À l'inverse, la valeur plus basse de Béjaïa est cohérente avec son plus faible indice d'iode. Toutefois, une interprétation définitive nécessite le profil en acides gras, car l'indice de réfraction reste un paramètre physique global et non spécifique.

Dans l'ensemble, les résultats montrent que l'huile EP possède le meilleur profil hydrolytique, avec les plus faibles valeurs d'acidité et d'indice d'acide. L'huile EUT se

distingue par une bonne stabilité oxydative primaire, un indice de peroxyde faible, un indice d'iode élevé et un indice de réfraction plus important, suggérant une huile plus insaturée mais encore bien protégée contre l'oxydation. L'huile de Béjaïa, en revanche, présente les valeurs les plus élevées d'acidité, d'indice d'acide et d'indice de peroxyde, indiquant une altération plus avancée, possiblement liée aux conditions post-récolte, à la durée de stockage des fruits, à la méthode d'extraction ou aux conditions de conservation.

Ces observations confirment que la qualité de l'huile d'olive ne dépend pas uniquement de la source d'eau ou de l'origine géographique, mais résulte d'une interaction complexe entre le cultivar, le stade de maturité, le climat, le régime hydrique, le sol, le délai récolte–trituration, les conditions d'extraction et le stockage. Issaad *et al*. (2024) ont montré que les huiles d'olive algériennes présentent une variabilité importante des propriétés physicochimiques, de la composition en polyphénols et du profil en acides gras selon les régions et les cultivars. De même, Rocha *et al*. (2026) ont confirmé que l'origine géographique peut influencer les paramètres de qualité, même lorsque les huiles restent dans les limites réglementaires.

2. Teneurs en pigments lipophiles : caroténoïdes et chlorophylles

Les résultats montrent que les huiles EUT et Béjaïa présentent les teneurs les plus élevées en pigments lipophiles. Pour les caroténoïdes, les valeurs atteignent 0,95 ± 0,07 mg/kg dans l'huile EUT et 0,88 ± 0,02 mg/kg dans l'huile de Béjaïa, contre seulement 0,31 ± 0,003 mg/kg dans l'huile EP. La même tendance est observée pour les chlorophylles, avec 2,25 ± 0,47 mg/kg pour EUT, 2,32 ± 0,09 mg/kg pour Béjaïa et 0,75 ± 0,24 mg/kg pour EP. Cette distribution suggère que les huiles EUT et Béjaïa ont conservé une fraction pigmentaire plus importante, ce qui peut être lié au stade de maturité des olives, à la méthode d'extraction, à la présence éventuelle de fragments foliaires, ou à une meilleure extraction des composés lipophiles au moment du broyage.

Tableau 8. Teneurs en caroténoïdes et chlorophylles des huiles d'olive

Paramètres	Unité	Huile EUT	Huile EP	Huile Béjaïa
Caroténoïdes	mg/kg	0,95 ± 0,07[a]	0,31 ± 0,003[b]	0,88 ± 0,02[a]
Chlorophylles	mg/kg	2,25 ± 0,47[a]	0,75 ± 0,24[b]	2,32 ± 0,09[a]

Les valeurs sont exprimées en moyenne ± écart-type. Les lettres différentes sur la même ligne indiquent une différence significative entre les échantillons à $p < 0,05$. Les huiles EUT et

Béjaïa ne diffèrent pas significativement entre elles pour les caroténoïdes et les chlorophylles, mais elles présentent des teneurs significativement supérieures à l'huile EP**.**

Les caroténoïdes jouent un rôle important dans la couleur jaune-orangée de l'huile d'olive et participent aussi à sa protection antioxydante, notamment en limitant certaines réactions radicalaires. Leur teneur dépend du cultivar, du stade de maturité, des conditions climatiques, du stockage des fruits et des paramètres technologiques d'extraction. La faible teneur observée dans l'huile EP peut traduire une maturité plus avancée des olives, une dégradation plus importante des pigments pendant l'extraction ou une moindre extraction de la fraction lipophile. Gagour *et al*. (2024) ont montré que les huiles issues de fruits pleinement mûrs peuvent présenter une forte diminution des chlorophylles, des caroténoïdes et des polyphénols, confirmant que le degré de maturité est un facteur majeur de variation pigmentaire.

Les chlorophylles sont responsables des nuances vertes de l'huile d'olive. Leur présence élevée dans les huiles EUT et Béjaïa peut indiquer une extraction à partir de fruits moins avancés dans la maturation, une trituration plus intense, ou un contact plus important avec des tissus végétaux riches en pigments, notamment les feuilles. Cependant, il faut éviter d'interpréter automatiquement une chlorophylle élevée comme une simple "contamination foliaire". Elle peut aussi refléter une huile plus fraîche, issue d'olives plus vertes ou d'un procédé qui conserve davantage les pigments naturels. Kıralan *et al*. (2024) ont montré que l'ajout contrôlé de feuilles d'olivier peut augmenter les teneurs en chlorophylles et caroténoïdes, ce qui confirme que les tissus foliaires peuvent enrichir l'huile en pigments, mais aussi modifier ses propriétés physicochimiques.

Sur le plan de la stabilité, les caroténoïdes sont généralement considérés comme protecteurs, alors que les chlorophylles ont un comportement plus ambivalent. En absence de lumière, elles peuvent accompagner une huile fraîche et riche en pigments ; en présence de lumière, elles peuvent agir comme photosensibilisateurs et accélérer la photo-oxydation. Ainsi, les huiles EUT et Béjaïa, plus riches en chlorophylles, doivent être conservées strictement à l'abri de la lumière pour éviter une oxydation accélérée. Cette interprétation est cohérente avec les travaux récents sur la stabilité de l'huile d'olive, qui montrent que la stabilité oxydative dépend de l'équilibre entre composés antioxydants, pigments, acides gras insaturés, exposition à la lumière et conditions de stockage (Costa *et al*., 2025 ; Hafeez *et al*., 2025).

L'huile EUT présente un profil particulièrement intéressant, car elle combine une teneur élevée en caroténoïdes (0,95 mg/kg) et en chlorophylles (2,25 mg/kg) avec un indice de peroxyde précédemment faible. Cela suggère que la richesse pigmentaire de cette huile ne s'est pas accompagnée d'une oxydation primaire élevée au moment de l'analyse. Cette observation peut indiquer une bonne fraîcheur, une protection antioxydante suffisante ou une extraction relativement maîtrisée. Toutefois, sa forte teneur en chlorophylles impose des conditions de stockage rigoureuses, notamment l'utilisation de flacons opaques ou en verre ambré, une faible exposition à l'oxygène et une conservation à température modérée.

L'huile de Béjaïa présente également des teneurs élevées en pigments, mais son interprétation est différente, car elle avait déjà montré des valeurs plus élevées d'acidité et d'indice de peroxyde. Ainsi, malgré sa richesse en caroténoïdes et chlorophylles, cette huile semble présenter une altération hydrolytique et oxydative plus avancée. Cela montre que la présence de pigments ne suffit pas à garantir une meilleure qualité globale : les pigments doivent être interprétés avec les indices d'acidité, de peroxyde, K232/K270, TBARS, polyphénols et profil en acides gras. Une huile peut être riche en pigments tout en étant plus oxydée si les conditions de récolte, de trituration ou de stockage ont été défavorables.

En revanche, l'huile EP présente les teneurs les plus faibles en caroténoïdes et chlorophylles. Cette faible pigmentation peut correspondre à une huile moins verte, possiblement issue d'olives plus mûres ou d'un procédé entraînant une extraction plus limitée des pigments. Elle peut aussi expliquer en partie son indice d'iode et son indice de réfraction plus faibles observés précédemment. Toutefois, la faible teneur en chlorophylles peut constituer un avantage pour la stabilité à la lumière, car elle réduit le risque de photo-oxydation, surtout si l'huile est exposée à des conditions de stockage non optimales.

3. Polyphénols totaux et flavonoïdes des huiles d'olive

Les résultats montrent une variation très marquée des composés phénoliques entre les trois huiles. L'huile EUT présente la teneur la plus élevée en polyphénols totaux (604,76 ± 26,26 mg EAG/kg), suivie de l'huile EP (500,58 ± 18,01 mg EAG/kg), tandis que l'huile de Béjaïa affiche la valeur la plus faible (226,89 ± 9,83 mg EAG/kg). Cette hiérarchie indique que les huiles EUT et EP possèdent une fraction phénolique beaucoup plus riche, ce qui peut contribuer à une meilleure stabilité oxydative et à une meilleure valeur fonctionnelle.

Tableau 9.Polyphénols totaux et flavonoïdes totaux

Paramètres	Unité	Huile EUT	Huile EP	Huile Béjaïa
Polyphénols totaux	mg EAG/kg	604,76 ± 26,26[a]	500,58 ± 18,01[b]	226,89 ± 9,83[c]
Flavonoïdes totaux	mg EQ/kg	63,03 ± 1,14[c]	72,57 ± 5,96[b]	125,72 ± 1,91[a]

Les valeurs sont exprimées en moyenne ± écart-type. Les lettres différentes sur la même ligne indiquent une différence significative entre les échantillons à $p < 0,05$.

Les polyphénols de l'huile d'olive regroupent plusieurs familles, notamment les dérivés de l'oleuropéine et du ligstroside, les lignanes, les flavonoïdes et les acides phénoliques. Le Conseil oléicole international décrit l'analyse des biophénols de l'huile d'olive par HPLC comme une méthode ciblant ces composés mineurs polaires, avec un domaine de mesure allant d'environ 30 à 800 mg/kg (International Olive Council, 2022). Ainsi, les valeurs obtenues pour EUT et EP se situent dans une zone élevée de richesse phénolique, alors que l'huile de Béjaïa présente un niveau plus faible.

La teneur élevée en polyphénols de l'huile EUT est particulièrement intéressante, car elle concorde avec son faible indice de peroxyde observé précédemment. Les polyphénols agissent comme antioxydants naturels en piégeant les radicaux libres, en retardant la formation d'hydroperoxydes et en améliorant la résistance de l'huile à l'oxydation. Cette relation entre richesse phénolique, qualité fonctionnelle et stabilité oxydative est largement rapportée dans les travaux récents sur l'huile d'olive vierge et extra vierge (Tsitsipas *et al*., 2025; Marx & Priego-Capote, 2025).

L'huile EP présente également une teneur élevée en polyphénols (500,58 mg EAG/kg), ce qui peut expliquer en partie sa bonne qualité hydrolytique et sa faible acidité observées précédemment. Une huile riche en phénols est généralement mieux protégée contre l'oxydation, mais la teneur finale dépend fortement du cultivar, du stade de maturité, de la disponibilité hydrique, des conditions climatiques, du broyage, du malaxage et du stockage. Marx et Priego-Capote (2025) ont notamment souligné que les conditions de malaxage peuvent influencer fortement la concentration en composés phénoliques polaires des huiles vierges, les températures plus faibles permettant généralement une meilleure préservation de cette fraction bioactive.

La faible teneur en polyphénols de l'huile de Béjaïa (226,89 mg EAG/kg) peut être liée à plusieurs facteurs : olives plus mûres, stockage prolongé avant extraction, oxydation plus avancée, conditions de malaxage moins favorables ou perte progressive des phénols pendant la conservation. Cette interprétation est cohérente avec les résultats antérieurs montrant que cette huile présentait les valeurs les plus élevées d'acidité et d'indice de peroxyde. Derdah *et al*. (2024), dans une étude sur les huiles de Chemlal, ont montré que le stockage à température ambiante peut provoquer une diminution importante des composés phénoliques totaux après 12 mois, confirmant la sensibilité de cette fraction aux conditions de conservation.

Concernant les flavonoïdes totaux, la tendance est différente : l'huile de Béjaïa présente la valeur la plus élevée (125,72 ± 1,91 mg EQ/kg), suivie de l'huile EP (72,57 ± 5,96 mg EQ/kg) et de l'huile EUT (63,03 ± 1,14 mg EQ/kg). Cette opposition entre polyphénols totaux et flavonoïdes est scientifiquement intéressante. Elle suggère que l'huile de Béjaïa, bien que moins riche en polyphénols globaux, pourrait contenir une proportion relativement plus importante de composés flavonoïdiques, tels que certains dérivés de la lutéoline ou de l'apigénine. Toutefois, cette interprétation doit rester prudente, car la méthode colorimétrique au chlorure d'aluminium donne une estimation globale et ne permet pas d'identifier les molécules individuelles.

Le contraste entre les polyphénols totaux faibles et les flavonoïdes élevés dans l'huile de Béjaïa peut aussi s'expliquer par des différences de composition de la fraction phénolique. Une huile peut contenir moins de phénols totaux, mais une proportion plus importante d'une sous-fraction flavonoïdique. Il est également possible que certains composés réducteurs ou interférences analytiques influencent les résultats colorimétriques. Pour confirmer cette hypothèse, une analyse HPLC ou LC-MS serait nécessaire afin de quantifier séparément l'hydroxytyrosol, le tyrosol, l'oleuropéine, l'oleocanthal, l'oleacéine, la lutéoline et l'apigénine. Le COI reconnaît d'ailleurs que les biophénols de l'huile d'olive regroupent plusieurs familles différentes, dont les flavonoïdes, les lignanes, les phénols simples et les secoiridoïdes (International Olive Council, 2022).

La richesse en polyphénols des huiles EUT et EP peut également être reliée aux conditions agronomiques. Le stress hydrique modéré, la disponibilité minérale, la maturité des fruits et les pratiques d'irrigation peuvent modifier le métabolisme phénolique de l'olivier. Issaad *et al*. (2024) ont montré que les huiles d'olive algériennes présentent une variabilité importante des propriétés physicochimiques, des polyphénols et du profil en acides gras selon les régions et les cultivars. Cela confirme que les différences observées entre EUT, EP et Béjaïa

ne doivent pas être attribuées à un seul facteur, mais à l'interaction entre origine, eau d'irrigation, maturité, extraction et stockage.

Il faut également souligner que la méthode de Folin–Ciocalteu, utilisée pour les polyphénols totaux, mesure la capacité réductrice globale de l'extrait et non uniquement les phénols spécifiques de l'huile d'olive. Siano *et al*. (2022) ont montré que certaines méthodes spectrophotométriques peuvent différer des dosages HPLC et que la corrélation dépend du type de méthode utilisée. Ainsi, les valeurs de polyphénols totaux obtenues ici sont très utiles pour comparer les échantillons entre eux, mais elles doivent être interprétées comme un indice global de richesse phénolique plutôt que comme une quantification moléculaire précise.

4. Extinction spécifique UV : marqueurs d'oxydation primaire et secondaire

Les coefficients d'extinction spécifique K232 et K270 sont des marqueurs essentiels de l'état oxydatif des huiles d'olive. K232 reflète principalement la formation de diènes conjugués et d'hydroperoxydes, qui correspondent aux produits primaires de l'oxydation lipidique, tandis que K270 est davantage associé aux produits secondaires d'oxydation, notamment les aldéhydes, cétones et triénes conjugués (Manai-Djebali *et al*., 2023 ; Chabni *et al*., 2024). Ces deux indices complètent l'indice de peroxyde et permettent une lecture plus précise de la fraîcheur, de la conservation et de la stabilité oxydative des huiles d'olive (International Olive Council, 2024; Chabni *et al*., 2025).

Tableau 10.Extinction spécifique K232 et K270 des huiles d'olive

Paramètres	Unité	Huile EUT	Huile EP	Huile Béjaïa
K270	—	$0,059 \pm 0,008^{b}$	$0,076 \pm 0,004^{ab}$	$0,112 \pm 0,030^{a}$
K232	—	$1,611 \pm 0,080^{c}$	$2,078 \pm 0,040^{b}$	$2,268 \pm 0,010^{a}$

Dans la présente étude, l'huile EUT présente les valeurs les plus faibles de K232 et K270, avec respectivement 1,611 ± 0,080 et 0,059 ± 0,008. L'huile EP occupe une position intermédiaire, avec K232 = 2,078 ± 0,040 et K270 = 0,076 ± 0,004, tandis que l'huile de Béjaïa affiche les valeurs les plus élevées, soit K232 = 2,268 ± 0,010 et K270 = 0,112 ± 0,030. Cette hiérarchie indique que l'huile EUT présente le niveau le plus faible de produits d'oxydation primaire et secondaire, alors que l'huile de Béjaïa montre une oxydation plus avancée.

Toutes les huiles restent néanmoins conformes aux limites de qualité du Conseil oléicole international pour l'huile d'olive vierge extra, soit K232 ≤ 2,50, K270 ≤ 0,22 et ΔK ≤ 0,01

(International Olive Council, 2024). Cette conformité montre que, malgré les différences significatives entre les échantillons, aucun échantillon ne présente une dégradation UV excessive selon ces critères réglementaires. Cependant, comme l'ont souligné Chabni *et al*. (2024), K232 et K270 doivent être interprétés avec prudence, car les composés phénoliques absorbent aussi dans la zone UV entre 220 et 380 nm, ce qui peut influencer partiellement ces mesures (Chabni *et al*., 2024).

La faible valeur de K232 observée dans l'huile EUT est cohérente avec son indice de peroxyde précédemment faible, ce qui confirme une oxydation primaire limitée. Cette stabilité peut être liée à la richesse de cette huile en composés antioxydants, notamment les polyphénols et caroténoïdes, qui peuvent retarder la formation d'hydroperoxydes. Les travaux récents de Costa *et al*. (2026) ont montré que la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra dépend fortement de l'interaction entre les tocophérols, les composés phénoliques et le profil en acides gras, en particulier les rapports MUFA/PUFA et polyphénols/tocophérols (Costa *et al*., 2026).

L'huile de Béjaïa, en revanche, présente les valeurs les plus élevées de K232 et K270, ce qui confirme les résultats précédemment obtenus pour l'acidité et l'indice de peroxyde. L'augmentation de K232 indique une accumulation plus importante de diènes conjugués, tandis que l'élévation de K270 suggère une progression vers des produits secondaires d'oxydation. Ces valeurs peuvent être associées à un délai plus long entre la récolte et la trituration, à un stockage des olives ou de l'huile dans des conditions défavorables, à une exposition accrue à la lumière, à l'oxygène ou à la chaleur, ou encore à une moindre concentration en antioxydants naturels. Manai-Djebali *et al*. (2023) ont également montré que les coefficients K232, K270 et ΔK varient selon l'origine géographique et reflètent directement l'état de conservation des huiles d'olive monovariétales (Manai-Djebali *et al*., 2023).

L'huile EP présente un profil intermédiaire. Sa valeur de K232 = 2,078 indique une formation modérée de produits primaires d'oxydation, tandis que K270 = 0,076 reste faible, suggérant une faible accumulation de produits secondaires. Ce profil indique que l'huile EP conserve une bonne qualité oxydative, même si elle semble légèrement moins protégée que l'huile EUT. Ce résultat peut être lié à une teneur plus faible en pigments et polyphénols, comme observé dans les résultats précédents, ce qui pourrait réduire sa capacité antioxydante globale.

Les résultats obtenus sont cohérents avec les travaux récents sur l'impact des procédés d'extraction et des conditions technologiques sur les paramètres UV. Chabni *et al*. (2025) ont montré que K232 et K270 peuvent dépasser les limites réglementaires lorsque des procédés

innovants modifient fortement la matrice huileuse, même lorsque les huiles présentent une teneur phénolique élevée et une bonne stabilité fonctionnelle. Cela montre que ces indices doivent être interprétés dans un cadre global incluant l'indice de peroxyde, les composés phénoliques, les pigments, les tocophérols et le profil en acides gras (Chabni *et al*., 2025).

5.Teneur en eau, matières volatiles et résidu sec apparent des huiles d'olive

Les résultats montrent une différence nette entre les trois huiles analysées. L'huile EUT présente la teneur en eau la plus faible (0,02 ± 0,00 %), suivie de l'huile EP (0,17 ± 0,02 %), tandis que l'huile de Béjaïa affiche la valeur la plus élevée (0,23 ± 0,06 %).

Tableau 11.Taux d'humidité et matière sèche des huiles d'olive

Paramètres	Unité	Huile EUT	Huile EP	Huile Béjaïa
Humidité / eau et matières volatiles	%	0,02 ± 0,00[b]	0,17 ± 0,02[a]	0,23 ± 0,06[a]
Matière sèche / résidu sec apparent	%	0,46 ± 0,05[a]	0,14 ± 0,03[b]	0,03 ± 0,02[c]

Cette hiérarchie indique que l'huile EUT a probablement bénéficié d'une meilleure séparation huile/eau, d'une décantation plus efficace ou d'une clarification plus complète après extraction. À l'inverse, la teneur plus élevée observée dans l'huile de Béjaïa peut traduire une présence résiduelle plus importante d'eau de végétation, une décantation insuffisante, une filtration incomplète ou des conditions de stockage moins favorables. La teneur en eau et matières volatiles est un paramètre important, car une humidité élevée peut favoriser l'hydrolyse des triglycérides, l'augmentation de l'acidité libre, la formation de défauts sensoriels et la réduction de la stabilité pendant le stockage (Gagour *et al*., 2022; De Santis *et al*., 2024; Blasi *et al*., 2025).

Sur le plan réglementaire, les standards du Conseil oléicole international considèrent l'eau et les matières volatiles comme des critères de qualité importants pour les huiles d'olive. Une teneur excessive en eau peut compromettre la conservation, en particulier dans les huiles non filtrées ou mal clarifiées, où les microgouttelettes d'eau et les particules solides peuvent former des microenvironnements favorables aux réactions hydrolytiques et fermentaires (International Olive Council, 2024; Gila *et al*., 2025). Dans cette étude, l'huile EUT (0,02 %)

et l'huile EP (0,17 %) restent dans une zone favorable, tandis que l'huile de Béjaïa (0,23 %) présente une humidité légèrement plus élevée, ce qui peut contribuer à expliquer ses valeurs plus importantes d'acidité libre et d'indice d'acide observées précédemment.

La valeur élevée de l'humidité dans l'huile de Béjaïa doit donc être interprétée comme un facteur possible d'instabilité. En effet, les études récentes sur la conservation de l'huile d'olive montrent que la stabilité dépend fortement de l'interaction entre l'eau résiduelle, les impuretés insolubles, les composés phénoliques, l'oxygène, la température et l'exposition à la lumière. De Santis *et al*. (2024) ont montré que les huiles filtrées et non filtrées ne présentent pas la même évolution au cours du stockage, notamment parce que la filtration modifie la quantité de particules et d'eau résiduelle. Blasi *et al*. (2025) ont également montré que les conditions de stockage, en particulier l'exposition à la lumière ou à l'obscurité, modifient la qualité nutritionnelle et la stabilité de l'huile d'olive vierge extra.

Concernant la matière sèche, il est préférable de parler de résidu sec apparent ou de fraction résiduelle non volatile, car l'huile d'olive est une matrice lipidique et non une matrice solide classique. Les résultats montrent que l'huile EUT présente la valeur la plus élevée (0,46 ± 0,05 %), suivie de l'huile EP (0,14 ± 0,03 %), tandis que l'huile de Béjaïa présente la valeur la plus faible (0,03 ± 0,02 %). Cette fraction peut inclure des micro-particules végétales, des matières colloïdales, des traces minérales ou des composés non volatils résiduels issus de l'extraction. Elle ne doit donc pas être interprétée directement comme une richesse nutritionnelle, mais plutôt comme un indicateur de la fraction résiduelle après séchage. Les travaux récents de Gila *et al*. (2025) sur les émulsions naturelles présentes dans les huiles vierges non filtrées confirment que l'humidité, la turbidité et les impuretés insolubles peuvent évoluer ensemble ou séparément selon la stabilité de l'émulsion et les traitements appliqués.

La forte valeur du résidu sec apparent dans l'huile EUT peut indiquer une teneur plus importante en particules ou composés non volatils, possiblement liée à la méthode d'extraction, à une clarification incomplète ou à une richesse en composés mineurs non évaporables. Toutefois, cette valeur ne s'accompagne pas d'une humidité élevée ni d'un indice de peroxyde élevé, ce qui suggère que cette fraction résiduelle n'a pas provoqué une dégradation immédiate de l'huile. Cette observation rejoint les travaux récents montrant que la stabilité d'une huile ne dépend pas d'un seul paramètre, mais de l'équilibre entre humidité, filtration, phénols, pigments, acides gras insaturés et conditions de stockage (Costa *et al*., 2025 ; Crupi *et a*l., 2025 ; Almeida *et al*., 2025).

À l'inverse, l'huile de Béjaïa présente une matière sèche très faible (0,03 %) mais une humidité plus élevée (0,23 %). Cette dissociation montre que la teneur en eau et le résidu sec ne traduisent pas le même phénomène. Une huile peut contenir peu de particules solides tout en conservant une fraction aqueuse résiduelle plus importante. Dans le cas de Béjaïa, cette humidité élevée est cohérente avec les valeurs plus importantes d'acidité libre, d'indice d'acide, d'indice de peroxyde, K232 et K270 observées précédemment. Cela suggère une huile plus sensible à l'hydrolyse et à l'oxydation, probablement sous l'effet combiné de la teneur en eau, des conditions de stockage et de la perte relative de composés protecteurs.

Globalement, l'huile EUT présente le profil le plus favorable pour la teneur en eau, avec une humidité très faible susceptible de limiter les réactions hydrolytiques. L'huile EP reste également dans une zone acceptable, tandis que l'huile de Béjaïa présente une humidité légèrement plus élevée, pouvant contribuer à son profil d'altération plus marqué. Pour le résidu sec apparent, l'huile EUT montre la valeur la plus élevée, mais ce paramètre doit être interprété avec prudence et idéalement complété par la mesure des impuretés insolubles selon une méthode normalisée. Les études récentes confirment que l'évaluation de la stabilité des huiles d'olive doit intégrer conjointement l'humidité, les résidus solides, la filtration, les composés phénoliques, les pigments, les indices d'oxydation et les conditions de stockage (Gagour *et al*., 2022 ; De Santis *et al*., 2024 ; Gharby *et al*., 2025).

6. Teneur en matière minérale des huiles d'olive

Les résultats montrent que l'huile EUT présente la teneur en matière minérale la plus élevée (0,010 ± 0,006 g), significativement supérieure à celles de l'huile EP (0,002 ± 0,001 g) et de l'huile de Béjaïa (0,001 ± 0,001 g). Cette différence suggère une présence plus importante de résidus inorganiques dans l'huile issue de l'irrigation par eaux usées traitées. Ces résidus peuvent provenir de plusieurs sources : composition minérale de l'eau d'irrigation, sol, poussières, particules végétales, matériel de transformation ou clarification/filtration incomplète. Les éléments minéraux présents dans les huiles végétales sont généralement retrouvés à l'état de traces, mais leur détermination est utile pour évaluer la qualité, l'authenticité, la traçabilité géographique et les risques potentiels d'oxydation (Nasr *et al*., 2022 ; Inaudi *et al*., 2025).

Tableau 12.Teneur en matière minérale des huiles d'olive

Paramètre	Unité	Huile EUT	Huile EP	Huile Béjaïa
Matière minérale	g	0,010 ± 0,006[a]	0,002 ± 0,001[b]	0,001 ± 0,001[b]

Les valeurs sont exprimées en moyenne ± écart-type. Les lettres différentes sur la même ligne indiquent une différence significative entre les échantillons à $p < 0,05$.

Sur le plan technologique, une teneur plus élevée en matière minérale ne doit pas être interprétée automatiquement comme un avantage nutritionnel. Certains éléments, comme K, Ca, Mg ou Na, peuvent provenir naturellement du sol ou de l'eau, mais d'autres, notamment Fe et Cu, sont considérés comme particulièrement importants pour la stabilité oxydative des huiles. Même à faibles concentrations, ces métaux de transition peuvent catalyser la décomposition des hydroperoxydes et accélérer la formation de produits secondaires d'oxydation. De Souza *et al*. (2022) ont rappelé que la contamination des huiles par Fe, Cu, Ca, Mg, Co, Ni et Mn peut augmenter la vitesse d'oxydation, tandis que Matei *et al*. (2025) soulignent que Cu et Fe réduisent fortement la stabilité oxydative des huiles.

Dans cette étude, l'huile EUT présente la matière minérale la plus élevée, mais elle avait aussi montré précédemment les valeurs les plus faibles d'indice de peroxyde, de K232 et de K270. Cela signifie que la fraction minérale mesurée ne s'est pas traduite par une oxydation plus avancée au moment de l'analyse. Cette observation peut s'expliquer par plusieurs hypothèses : les éléments présents peuvent être majoritairement des minéraux peu pro-oxydants, la concentration en Fe/Cu peut rester faible, ou encore la richesse en composés antioxydants, notamment les polyphénols et les caroténoïdes, peut compenser l'effet pro-oxydant potentiel de certains métaux. L'interprétation doit donc être faite conjointement avec les indices d'oxydation, les polyphénols, les pigments et, idéalement, l'analyse détaillée des métaux traces.

Les faibles valeurs observées pour EP et Béjaïa indiquent une fraction minérale résiduelle plus faible. Cela peut traduire une meilleure clarification, une moindre charge minérale initiale ou une présence réduite de particules inorganiques. Cependant, la faible teneur minérale de l'huile de Béjaïa n'a pas empêché cette huile de présenter des valeurs plus élevées d'acidité, d'indice de peroxyde, de K232 et de K270. Cela confirme que l'altération de cette

huile est probablement davantage liée aux conditions post-récolte, au stockage, à l'humidité résiduelle ou à l'oxydation lipidique qu'à la seule teneur en matière minérale.

Ces résultats sont cohérents avec les travaux récents montrant que les éléments traces peuvent servir de marqueurs de traçabilité et d'origine géographique, mais qu'ils doivent être interprétés avec prudence lorsqu'il s'agit de qualité oxydative. Nasr *et al*. (2022) ont souligné l'intérêt des signatures inorganiques et isotopiques pour les études de traçabilité de l'huile d'olive, tandis que Chiaudani *et al*. (2023) ont montré que certains éléments rares peuvent contribuer à différencier les huiles selon leur origine. Ainsi, la matière minérale totale peut fournir une information complémentaire, mais elle ne remplace pas l'analyse élémentaire ciblée.

Dans le contexte de l'irrigation par eaux usées traitées, il est particulièrement important de vérifier que l'augmentation de la fraction minérale ne s'accompagne pas d'une accumulation de métaux lourds ou d'éléments indésirables. Benguennouna *et al*. (2025) ont rapporté que les concentrations en métaux lourds dans les différentes sources d'eau étudiées restaient dans les limites admissibles pour l'irrigation, ce qui soutient la faisabilité de leur utilisation lorsque la qualité de l'eau est contrôlée. Dans notre cas, la teneur plus élevée en matière minérale de l'huile EUT doit donc être considérée comme un signal à explorer par des analyses ICP, plutôt que comme une preuve directe de contamination.

7. Activité antioxydante et oxydation secondaire des huiles d'olive : DPPH et TBARS

Les résultats montrent une différence très nette de l'activité antioxydante entre les trois huiles. L'huile EUT présente la capacité antiradicalaire la plus élevée (53,50 ± 1,51 %), suivie de l'huile EP (38,06 ± 0,55 %), tandis que l'huile de Béjaïa affiche l'activité la plus faible (21,74 ± 0,74 %). Cette hiérarchie est cohérente avec les teneurs en polyphénols observées précédemment, où l'huile EUT présentait la concentration la plus élevée en composés phénoliques totaux. Le test DPPH repose sur la capacité des composés antioxydants à réduire le radical stable DPPH•, et il est largement utilisé pour estimer le potentiel antiradicalaire des huiles d'olive et de leurs extraits phénoliques. Les composés phénoliques de l'huile d'olive sont reconnus comme des contributeurs majeurs à ses propriétés fonctionnelles, car ils peuvent neutraliser les radicaux libres et participer à la protection contre l'oxydation lipidique (Tsitsipas *et al*., 2025).

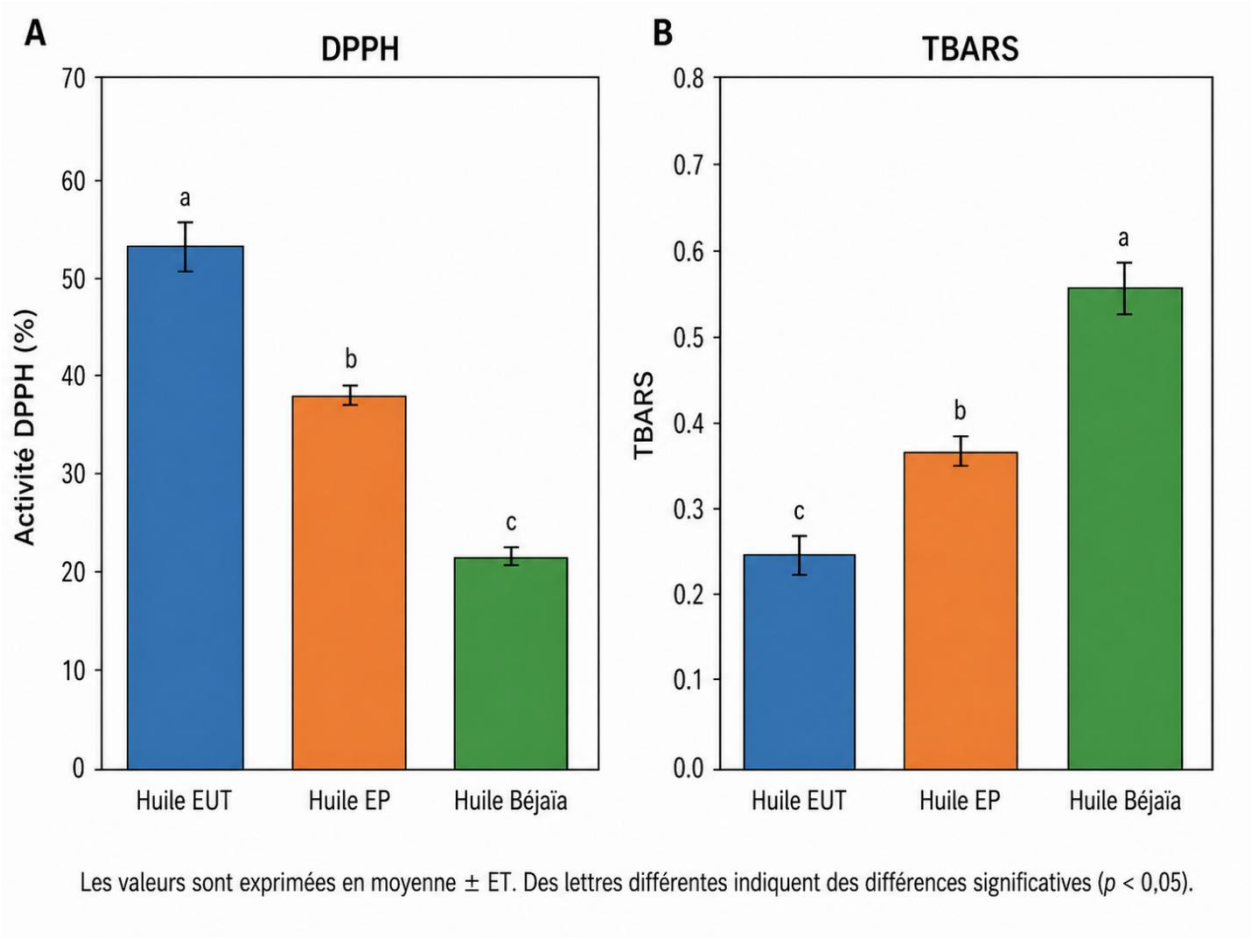

Figure 12.Activité antioxydante et oxydation lipidique secondaire des huiles d'olive.

La forte activité DPPH de l'huile EUT peut-être attribuée à sa richesse en polyphénols totaux (604,76 mg EAG/kg) et en caroténoïdes, deux groupes de composés capables de contribuer à la neutralisation des espèces radicalaires. Cette observation confirme que l'irrigation par eaux usées traitées n'a pas diminué le potentiel antioxydant de l'huile dans les conditions étudiées. Au contraire, l'huile EUT combine la plus forte activité antioxydante, le plus faible indice de peroxyde, les plus faibles valeurs de K232/K270 et la plus faible valeur TBARS, ce qui indique une bonne cohérence entre la fraction antioxydante et les marqueurs d'oxydation. Des travaux récents sur les huiles d'olive algériennes ont également montré que l'activité antioxydante varie fortement selon l'origine géographique, le cultivar et les conditions de production, avec un rôle important du profil phénolique dans l'activité DPPH (Saoudi *et al*., 2024).

L'huile EP présente une activité antioxydante intermédiaire (38,06 %). Cette valeur est inférieure à celle de l'huile EUT, mais reste nettement supérieure à celle de Béjaïa. Elle peut être reliée à sa teneur élevée en polyphénols totaux (500,58 mg EAG/kg), même si sa teneur

plus faible en caroténoïdes et chlorophylles pourrait limiter une partie de sa capacité antioxydante globale. Ce résultat montre que l'activité DPPH ne dépend pas uniquement de la quantité totale de phénols, mais aussi de leur nature chimique, de la proportion de secoiridoïdes, de phénols simples, de flavonoïdes, de tocophérols et de pigments lipophiles. Laidi *et al*. (2025) ont montré que le degré de maturité des fruits influence le profil polyphénolique et l'équilibre oxydatif des huiles d'olive vierges, confirmant que les différences d'activité antioxydante peuvent résulter à la fois de facteurs agronomiques et technologiques.

L'huile de Béjaïa présente la plus faible activité antioxydante (21,74 ± 0,74 %), malgré sa teneur élevée en flavonoïdes. Cette situation suggère que la fraction flavonoïdique seule ne suffit pas à compenser la faible teneur en polyphénols totaux et l'état d'altération plus avancé observé précédemment. Cette huile présentait déjà les valeurs les plus élevées d'acidité, d'indice de peroxyde, K232 et K270 ; la faible activité DPPH confirme donc une moindre capacité à neutraliser les radicaux libres. Cette diminution peut être liée à la dégradation des composés phénoliques pendant le stockage, à une maturation plus avancée des olives, à une exposition plus importante à l'oxygène ou à la lumière, ou à des conditions d'extraction moins favorables à la préservation des antioxydants.

Les résultats TBARS confirment cette tendance oxydative. L'huile EUT présente la valeur la plus faible (0,251 ± 0,03), suivie de l'huile EP (0,365 ± 0,02), tandis que l'huile de Béjaïa affiche la valeur la plus élevée (0,557 ± 0,03). Les TBARS sont utilisés comme indicateurs des produits secondaires de peroxydation lipidique, notamment les composés aldéhydiques tels que le malondialdéhyde. Ainsi, une valeur TBARS élevée traduit une oxydation secondaire plus avancée. Des travaux récents rappellent que le test TBARS est couramment utilisé pour évaluer l'état d'oxydation des huiles et matrices riches en lipides, car certains aldéhydes et produits d'oxydation réagissent avec l'acide thiobarbiturique pour former un complexe mesurable (Nadeem *et al*., 2024).

La relation inverse observée entre DPPH et TBARS est particulièrement importante. L'huile EUT présente la plus forte activité antioxydante et la plus faible valeur TBARS, ce qui suggère que sa fraction antioxydante limite efficacement la progression de l'oxydation vers les produits secondaires. L'huile Béjaïa, au contraire, combine la plus faible activité DPPH et la plus forte valeur TBARS, indiquant une perte de protection antioxydante et une oxydation lipidique plus avancée. Cette relation est cohérente avec l'ensemble des résultats précédents : l'huile Béjaïa présentait également les valeurs les plus élevées d'acidité, d'indice de peroxyde, K232 et K270, ce qui confirme son profil le plus altéré.

La supériorité de l'huile EUT peut donc être interprétée comme le résultat d'un meilleur équilibre entre composés antioxydants et stabilité lipidique. Sa forte teneur en polyphénols, son activité DPPH élevée, son indice de peroxyde faible, ses faibles valeurs K232/K270 et sa faible valeur TBARS indiquent une huile mieux protégée contre l'oxydation primaire et secondaire. Cette cohérence analytique renforce l'idée que l'utilisation des eaux usées traitées, dans les conditions étudiées, n'a pas compromis la qualité oxydative de l'huile. Au contraire, les résultats suggèrent que l'huile EUT possède un profil fonctionnel intéressant.

Cependant, il faut rester prudent : le test DPPH mesure une capacité antiradicalaire in vitro et ne reflète pas à lui seul toute la stabilité oxydative de l'huile. De même, les TBARS donnent une estimation globale des produits secondaires d'oxydation, mais peuvent être influencés par la méthode d'extraction, les conditions de chauffage, le solvant utilisé et l'expression des résultats. Une interprétation robuste doit donc intégrer simultanément les polyphénols, flavonoïdes, caroténoïdes, chlorophylles, indice de peroxyde, K232/K270, TBARS et profil en acides gras. Cette approche intégrée est recommandée dans les études récentes sur la qualité fonctionnelle de l'huile d'olive, car la stabilité dépend de l'interaction entre composés phénoliques, pigments, tocophérols, degré d'insaturation et conditions de stockage (Tsitsipas *et al*., 2025 ; Laidi *et al*., 2025).

8. Matière grasse totale et profil lipidique des huiles d'olive

La teneur en matière grasse varie significativement entre les trois huiles, avec la valeur la plus élevée dans l'huile EUT (96,50 ± 0,50 %), suivie de l'huile de Béjaïa (95,33 ± 0,25 %) et de l'huile EP (93,33 ± 0,32 %). Cette différence suggère que l'huile issue des arbres irrigués avec les eaux usées traitées possède une fraction lipidique plus importante ou une teneur plus faible en fractions non lipidiques résiduelles. Cette observation est cohérente avec les résultats précédents montrant une humidité très faible dans l'huile EUT, ce qui peut améliorer la concentration apparente de la phase grasse. Benguennouna *et al*. (2025), dans une étude menée sur la variété Chemlal dans la région de Hadjadj–Mostaganem, ont également montré que les différentes sources d'irrigation peuvent influencer les paramètres physicochimiques, la composition en acides gras et les composés bioactifs de l'huile d'olive.

Tableau 13.Matière grasse et composition en acides gras des huiles d'olive

Paramètres	**Formule**	**Huile EUT**	**Huile EP**	**Huile Béjaïa**
Matière grasse	%	96,50 ± 0,50[a]	93,33 ± 0,32[c]	95,33 ± 0,25[b]

Acide butyrique	C4 :0	0,010 ± 0,001[a]	0,010 ± 0,001[a]	0,009 ± 0,001[a]
Acide myristique	C14 :0	0,200 ± 0,002[a]	0,201 ± 0,002[a]	0,203 ± 0,002[a]
Acide heptadécanoïque	C17 :0	0,030 ± 0,001[b]	0,030 ± 0,002[b]	0,400 ± 0,002[a]
Acide octadécénoïque	C18 :1	0,120 ± 0,006[b]	0,160 ± 0,008[a]	0,050 ± 0,003[c]
Acide palmitique	C16 :0	10,50 ± 0,52[a]	3,42 ± 0,17[b]	2,20 ± 0,11[c]
Acide stéarique	C18 :0	2,30 ± 0,11[b]	3,56 ± 0,17[a]	2,49 ± 0,12[b]
Acide palmitoléique	C16 :1	0,81 ± 0,04[c]	3,21 ± 0,16[b]	6,45 ± 0,32[a]
Acide vaccénique	C18 :1	0,10 ± 0,005[b]	1,83 ± 0,009[a]	0,14 ± 0,007[b]
Acide béhénique	C22 :0	0,10 ± 0,005[a]	0,10 ± 0,005[a]	0,11 ± 0,006[a]
Acide linolénique	C18 :3	0,65 ± 0,03[b]	1,79 ± 0,09[a]	0,33 ± 0,01[c]
Acide arachidique	C20 :0	0,37 ± 0,01[b]	2,01 ± 0,10[a]	0,21 ± 0,01[c]
Acide oléique	C18 :1	62,60 ± 3,13[a]	50,37 ± 2,51[b]	60,26 ± 3,01[a]
Acide érucique	C22 :1	0,05 ± 0,003[a]	0,03 ± 0,002[a]	0,04 ± 0,002[a]
Acide linoléique	C18 :2	6,80 ± 0,34[c]	8,42 ± 0,42[b]	10,83 ± 0,54[a]
Acide eicosénoïque	C20 :1	0,04 ± 0,002[b]	0,26 ± 0,001[a]	0,05 ± 0,003[b]
MUFA / AGMI	%	73,25 ± 4,73[b]	70,12 ± 4,21[b]	75,45 ± 4,50[a]
PUFA / AGPI	%	12,05 ± 1,21[a]	11,35 ± 1,13[a]	10,08 ± 1,01[b]
Diacylglycérols	%	2,53 ± 0,27[a]	1,82 ± 0,18[b]	1,67 ± 0,17[b]
Monoacylglycérols	%	0,30 ± 0,02[a]	0,25 ± 0,01[b]	0,20 ± 0,01[b]

Les valeurs sont exprimées en moyenne ± écart-type. Les lettres différentes sur la même ligne indiquent des différences significatives entre les échantillons à $p < 0,05$.

L'acide gras dominant dans les trois huiles est l'acide oléique (C18 :1), avec 62,60 ± 3,13 % dans l'huile EUT, 60,26 ± 3,01 % dans l'huile de Béjaïa et 50,37 ± 2,51 % dans l'huile EP. Cette dominance confirme le caractère typique de l'huile d'olive, dont la qualité nutritionnelle repose principalement sur sa richesse en acides gras monoinsaturés. L'acide oléique est fortement associé à la stabilité oxydative, car il est moins sensible à l'auto-oxydation que les acides gras polyinsaturés, en particulier l'acide linoléique. Selon le Conseil oléicole international, la teneur réglementaire en acide oléique des huiles d'olive se situe généralement entre 55,00 et 85,00 % lorsqu'elle est exprimée en pourcentage des esters méthyliques d'acides

gras ; ainsi, les huiles EUT et Béjaïa se situent dans cette plage, tandis que l'huile EP apparaît légèrement inférieure à la limite basse si les données sont exprimées en % du total des acides gras.

Cette faible teneur en acide oléique dans l'huile EP doit être discutée avec prudence. Elle peut refléter une réelle différence de biosynthèse lipidique liée aux conditions d'irrigation, au climat, à la maturité des olives ou à l'état physiologique des arbres. Toutefois, elle peut aussi résulter d'un problème d'intégration chromatographique, d'identification des pics ou d'expression des résultats. En effet, les acides gras de l'huile d'olive doivent normalement être exprimés en % du total des FAMEs identifiés lorsqu'il s'agit d'un profil relatif par GC-MS ou GC-FID. La norme ISO 24363 :2023 précise que la détermination des FAMEs dans l'huile d'olive couvre les acides gras de C12 à C24, incluant les acides gras saturés, monoinsaturés, polyinsaturés et certains isomères cis/trans.

L'huile EUT se distingue par une teneur élevée en acide oléique et par une matière grasse totale élevée. Cette combinaison est intéressante, car elle suggère une huile à forte valeur lipidique et à potentiel nutritionnel favorable. De plus, cette huile avait précédemment présenté les meilleurs marqueurs de stabilité oxydative, notamment un indice de peroxyde faible, des valeurs réduites de K232/K270, une activité DPPH élevée et une faible valeur TBARS. Cela signifie que, malgré une teneur relativement élevée en acides gras insaturés, l'huile EUT semblé bien protégée contre l'oxydation, probablement grâce à sa richesse en polyphénols, caroténoïdes et autres antioxydants naturels. Costa et al. (2025) ont montré que la stabilité oxydative de l'huile d'olive extra vierge dépend de l'interaction entre la composition en acides gras, les tocophérols, les composés phénoliques et les conditions d'oxydation.

L'acide linoléique (C18 :2) présente une tendance inverse à celle de l'acide oléique : il est plus élevé dans l'huile de Béjaïa (10,83 ± 0,54 %), suivi de l'huile EP (8,42 ± 0,42 %) et de l'huile EUT (6,80 ± 0,34 %). Cette différence est importante, car l'acide linoléique est un acide gras polyinsaturé essentiel mais plus sensible à l'oxydation que l'acide oléique. Le rapport oléique/linoléique (O/L) est donc un indicateur utile de stabilité potentielle. Dans tes résultats, ce rapport est approximativement de 9,21 pour EUT, 5,98 pour EP et 5,56 pour Béjaïa. L'huile EUT possède donc le rapport O/L le plus favorable, ce qui explique en partie sa meilleure résistance oxydative observée dans les résultats précédents. À l'inverse, l'huile de Béjaïa, plus riche en linoléique et moins riche en polyphénols totaux, présente logiquement les indices d'oxydation les plus élevés.

La teneur élevée en acide linoléique de l'huile de Béjaïa peut être liée à la maturité des olives, aux conditions climatiques, à l'origine géographique ou au cultivar. Des études récentes montrent que le profil en acides gras de l'huile d'olive est fortement modulé par le génotype, le climat, l'année de récolte et les conditions agronomiques. El Riachy *et al*. (2023) ont montré que les profils en acides gras et en composés phénoliques varient fortement entre variétés locales et européennes, tandis que Aalam *et al*. (2024) ont démontré que le cultivar, la technologie d'extraction et la zone agro climatique modifient significativement les caractéristiques physicochimiques des huiles d'olive.

L'huile EUT présente aussi la teneur la plus élevée en acide palmitique (C16 :0) avec 10,50 ± 0,52 %, contre 3,42 ± 0,17 % pour EP et 2,20 ± 0,11 % pour Béjaïa. L'acide palmitique est l'acide gras saturé majoritaire dans l'huile d'olive. Sa valeur dans EUT se situe dans la plage réglementaire du COI, qui est de 7,00 à 20,00 % pour l'huile d'olive. En revanche, les valeurs de EP et Béjaïa apparaissent très basses si elles sont exprimées en pourcentage des FAMEs, ce qui nécessite une vérification méthodologique. Le COI fixe également des plages ou seuils pour plusieurs acides gras : palmitoléique 0,30–3,50 %, stéarique 0,50–5,00 %, linoléique 2,50–21,00 %, linolénique ≤ 1,00 %, arachidique < 0,60 % et béhénique < 0,20 %.

Cette comparaison avec les limites réglementaires est très importante. Certains résultats de ton tableau semblent atypiques si l'unité est bien le % du total des acides gras. Par exemple, l'acide myristique est autour de 0,20 %, alors que la limite COI est < 0,03 % ; l'acide arachidique de l'huile EP est 2,01 %, alors que la limite COI est < 0,60 % ; et l'acide linolénique de l'huile EP est 1,79 %, au-dessus de la limite habituelle de ≤ 1,00 %. Cela ne signifie pas automatiquement que les huiles sont non conformes, mais cela indique qu'il faut absolument vérifier l'unité, l'identification des pics GC-MS, l'intégration chromatographique et la méthode de calcul. Le tableau semble utiliser des valeurs relatives proches de pourcentages, mais certaines lignes ne sont pas cohérentes avec les plages usuelles de l'huile d'olive.

L'acide stéarique (C18 :0) est plus élevé dans l'huile EP (3,56 ± 0,17 %) que dans EUT (2,30 ± 0,11 %) et Béjaïa (2,49 ± 0,12 %). Toutes ces valeurs restent compatibles avec les limites habituelles de l'huile d'olive lorsque les données sont exprimées en pourcentage relatif. Le stéarique est un acide gras saturé, mais il est généralement considéré comme moins défavorable que le palmitique sur le plan nutritionnel, car son effet sur certains marqueurs lipidiques sanguins peut être différent. Toutefois, dans l'évaluation globale d'une huile, l'important reste l'équilibre entre acides gras saturés, monoinsaturés et polyinsaturés, ainsi que la présence d'antioxydants naturels.

Les acides gras monoinsaturés totaux (MUFA/AGMI) sont plus élevés dans l'huile de Béjaïa (75,45 ± 4,50 %), suivie de l'huile EUT (73,25 ± 4,73 %) et de l'huile EP (70,12 ± 4,21 %). Cette richesse en MUFA est favorable sur le plan nutritionnel et technologique. Cependant, le cas de Béjaïa montre que la richesse en MUFA ne suffit pas à garantir une bonne stabilité : cette huile présente aussi la teneur la plus élevée en linoléique, la plus faible teneur en polyphénols totaux et les marqueurs d'oxydation les plus élevés. Cela confirme que la qualité de l'huile d'olive dépend d'un équilibre global entre profil lipidique et fraction antioxydante, et pas uniquement de la proportion en MUFA. Tsolakou *et al*. (2025) ont également montré que le contenu en MUFA, notamment l'acide oléique, contribue à la stabilité et à la qualité de l'huile, mais que cette stabilité dépend aussi de la composition phénolique et du contexte génétique.

Les acides gras polyinsaturés totaux (PUFA/AGPI) sont plus élevés dans EUT (12,05 ± 1,21 %) et EP (11,35 ± 1,13 %) que dans Béjaïa (10,08 ± 1,01 %). Cette différence peut sembler contradictoire avec l'oxydation plus forte observée dans Béjaïa, mais elle s'explique par le fait que la sensibilité oxydative dépend aussi du type d'AGPI, du rapport O/L, de l'activité antioxydante et des conditions de conservation. L'huile EUT, malgré sa fraction PUFA relativement élevée, présente le rapport O/L le plus favorable et la teneur la plus élevée en polyphénols totaux. Cela peut expliquer pourquoi elle conserve les meilleurs marqueurs de stabilité oxydative. Les études récentes insistent sur cette approche intégrée, montrant que les huiles riches en PUFA sont plus vulnérables à l'oxydation, mais que la présence de polyphénols et d'autres antioxydants peut ralentir cette dégradation (Costa *et al*., 2025 ; Pointner *et al*., 2026).

L'huile de Béjaïa se distingue également par la teneur la plus élevée en acide palmitoléique (C16 :1) avec 6,45 ± 0,32 %, alors que les valeurs sont de 3,21 ± 0,16 % pour EP et 0,81 ± 0,04 % pour EUT. Cette valeur de Béjaïa semble élevée par rapport à la plage COI habituelle de 0,30–3,50 %, si elle est bien exprimée en pourcentage relatif. Cela renforce la nécessité de vérifier les conditions d'identification GC-MS, car le palmitoléique peut parfois être confondu avec d'autres isomères ou coéluants si la séparation chromatographique n'est pas optimale. Une colonne fortement polaire de type cyanopropyl, telle que HP-88 ou équivalente, est généralement recommandée pour une meilleure séparation des FAMEs, conformément aux principes de la détermination normalisée des acides gras par chromatographie en phase gazeuse.

Les acides gras mineurs, tels que l'acide heptadécanoïque, arachidique, béhénique, eicosénoïque et érucique, apportent des informations complémentaires sur l'authenticité et la

composition fine de l'huile. Cependant, dans ce tableau, certaines valeurs mineures sont inhabituelles, notamment l'acide heptadécanoïque dans Béjaïa (0,40 %) et l'acide arachidique dans EP (2,01 %). Ces résultats doivent être interprétés avec prudence, car les acides gras mineurs sont particulièrement sensibles aux erreurs d'intégration, aux faibles intensités de signal et aux coélutions. Le COI considère la composition en acides gras comme un critère de pureté, ce qui justifie de vérifier soigneusement les pics minoritaires avant toute conclusion sur l'authenticité ou l'origine des huiles.

Les diacylglycérols (DAG) et monoacylglycérols (MAG) sont plus élevés dans l'huile EUT (2,53 ± 0,27 % et 0,30 ± 0,02 %) que dans EP (1,82 ± 0,18 % et 0,25 ± 0,01 %) et Béjaïa (1,67 ± 0,17 % et 0,20 ± 0,01 %). Les DAG et MAG peuvent provenir d'une hydrolyse partielle des triacylglycérols ou refléter une évolution de la matrice lipidique au cours du stockage. Leur présence doit donc être discutée avec prudence. Dans l'huile EUT, l'augmentation des DAG/MAG pourrait sembler contradictoire avec sa bonne stabilité oxydative ; cependant, elle ne s'accompagne pas d'un indice de peroxyde élevé ni d'une forte valeur TBARS. Cela suggère que ces composés peuvent refléter une modification lipidique partielle sans altération oxydative majeure. Pour une interprétation plus complète, il serait utile de distinguer les 1,2-DAG et 1,3-DAG, car leur distribution est plus informative sur la fraîcheur et l'évolution du stockage.

En comparant les trois huiles, l'huile EUT apparaît comme la plus intéressante sur le plan global : elle présente la matière grasse la plus élevée, une forte teneur en acide oléique, un rapport O/L favorable, une teneur élevée en polyphénols et les meilleurs marqueurs de stabilité oxydative. Cela suggère que l'irrigation par eaux usées traitées n'a pas compromis le profil lipidique de l'huile Chemlal dans les conditions étudiées. Au contraire, elle semble associée à une huile riche en lipides et relativement stable. Cette interprétation rejoint les conclusions de Benguennouna *et al*. (2025), qui indiquent que l'utilisation des eaux usées traitées peut modifier certains paramètres de composition sans nécessairement détériorer la qualité de l'huile, à condition que la qualité de l'eau soit contrôlée et que les pratiques agronomiques soient maîtrisées.

Conclusion

L'ensemble des résultats relatifs à la matière grasse totale et au profil en acides gras montre que les huiles étudiées présentent des différences marquées selon l'origine et/ou la

source d'irrigation. L'huile EUT se distingue par la teneur en matière grasse la plus élevée, une forte proportion d'acide oléique, un rapport oléique/linoléique favorable et une teneur importante en acides gras polyinsaturés. Ce profil lipidique, associé aux résultats précédents montrant une richesse élevée en polyphénols, une forte activité antioxydante, un faible indice de peroxyde et des valeurs réduites de K232, K270 et TBARS, suggère que l'irrigation par eaux usées traitées n'a pas altéré la qualité lipidique de l'huile Chemlal dans les conditions étudiées. Au contraire, elle semble associée à une huile présentant un bon équilibre entre valeur nutritionnelle et stabilité oxydative.

L'huile EP présente une teneur en matière grasse plus faible et une proportion d'acide oléique inférieure à celles observées dans les huiles EUT et Béjaïa. Toutefois, elle conserve une bonne qualité hydrolytique, comme l'indiquent ses faibles valeurs d'acidité libre et d'indice d'acide. Ce résultat suggère que l'huile EP possède une bonne fraîcheur initiale, mais un profil lipidique moins favorable en termes de dominance de l'acide oléique. Son interprétation doit donc être complétée par les autres paramètres de qualité, notamment les polyphénols, les indices d'oxydation et l'activité antioxydante.

L'huile de Béjaïa, malgré une teneur élevée en acides gras monoinsaturés et une proportion importante d'acide oléique, présente une teneur plus élevée en acide linoléique, ainsi que des marqueurs d'altération plus importants observés dans les sections précédentes. Cette combinaison suggère une stabilité oxydative plus fragile, probablement liée à une teneur plus faible en polyphénols totaux, une activité antioxydante réduite et des conditions post-récolte ou de stockage moins favorables. Ainsi, la richesse en acides gras monoinsaturés ne suffit pas, à elle seule, à garantir une meilleure qualité globale de l'huile.

Globalement, cette section confirme que l'évaluation de la qualité lipidique d'une huile d'olive doit reposer sur une approche intégrée, combinant la matière grasse totale, les acides gras majeurs, les rapports MUFA/PUFA et oléique/linoléique, les DAG/MAG, ainsi que les marqueurs d'oxydation et les composés antioxydants. Sur cette base, l'huile EUT apparaît comme l'échantillon le plus équilibré, avec une fraction lipidique abondante, un profil en acides gras favorable et une bonne stabilité oxydative.

Chapitre V — Traitement biologique par Azolla microphylla

1. Introduction

Dans les régions semi-arides, la raréfaction des ressources hydriques constitue un défi majeur pour la durabilité des systèmes agroalimentaires. En Algérie, l'augmentation des températures (+1,5 °C depuis les années 1990), combinée à la variabilité des précipitations et à l'intensification des activités agricoles, a entraîné une pression croissante sur les ressources en eau, avec une demande hydrique multipliée par plus de 2,5 depuis 2000. Cette situation s'inscrit dans un contexte de stress hydrique structurel, où les ressources renouvelables sont estimées à environ 10–12 milliards m^3/an, souvent inférieures à la demande nationale (Benallal *et al*., 2024 ; Mezouane *et al*., 2025). L'agriculture représente plus de 70 % des prélèvements en eau douce, confirmant son rôle central dans la consommation hydrique et sa vulnérabilité face aux fluctuations climatiques (Mezouane *et al*., 2025). Dans ce contexte, la réutilisation des eaux usées traitées (EUT) apparaît comme une solution stratégique pour soutenir l'irrigation, améliorer l'efficience de l'eau et réduire la pression sur les ressources conventionnelles.

Cependant, malgré leur intérêt agronomique, les EUT contiennent encore des concentrations résiduelles significatives de contaminants chimiques, incluant des métaux lourds (Pb, Cd, Cu, Zn), des nutriments excédentaires (azote, phosphore) et des composés organiques persistants. Des concentrations typiques dans les effluents domestiques peuvent atteindre 250–500 mg/L pour la demande chimique en oxygène (COD), 150–300 mg/L pour la demande biologique en oxygène (BOD_5) et jusqu'à 1,5 mg/L pour le plomb (Zeid *et al*., 2024 ; Park *et al*., 2025). Ces contaminants peuvent s'accumuler dans les sols et être transférés vers les cultures, modifiant la composition chimique des produits agricoles, altérant la biodisponibilité des nutriments essentiels et augmentant les risques toxicologiques pour les consommateurs. Cette problématique est particulièrement critique dans une perspective de chimie alimentaire, car elle conditionne directement la qualité, la valeur nutritionnelle et la sécurité des aliments issus de systèmes irrigués par des EUT.

Dans ce contexte, le développement de technologies de traitement complémentaires, efficaces et durables, devient essentiel pour garantir une réutilisation sûre des eaux usées. La phytoremédiation, définie comme l'utilisation de plantes et de leurs interactions microbiologiques pour éliminer, transformer ou stabiliser les contaminants environnementaux, constitue une alternative écologique aux procédés physico-chimiques conventionnels (Acharya *et al*., 2025). Cette approche repose sur des mécanismes complexes incluant l'absorption

racinaire, la biosorption, la bioaccumulation intracellulaire et la transformation métabolique des polluants.

Parmi les macrophytes aquatiques, le genre *Azolla* suscite un intérêt croissant en raison de ses propriétés physiologiques et biochimiques remarquables. *Azolla microphylla* se distingue notamment par une croissance rapide, avec un doublement de biomasse en 2 à 5 jours et une production pouvant atteindre 150–160 g de matière sèche/m² (Benguennouna *et al*., 2025). Cette espèce présente également une capacité élevée d'élimination des polluants, avec des réductions pouvant atteindre 94,9 % pour le COD, 89 % pour le BOD_5 et plus de 90 % pour certains métaux lourds tels que Pb et Cd (Goala et al., 2025 ; Muttaleb et al., 2024). En ce qui concerne les nutriments, des taux d'abattement de 80 à 97 % pour l'azote et le phosphore ont été rapportés (Nyein *et al*., 2024). Ces performances reposent sur des mécanismes combinés de rhizofiltration, biosorption et bioaccumulation intracellulaire, impliquant notamment l'interaction des ions métalliques avec des groupements fonctionnels présents dans les parois cellulaires, suivie d'une séquestration intracellulaire.

Au-delà de son rôle épurateur, *Azolla microphylla* présente également un potentiel important de valorisation dans les systèmes agroalimentaires. Sa biomasse est riche en protéines (20–30 % de la matière sèche), en minéraux et en composés bioactifs, ce qui permet son utilisation comme biofertilisant ou comme complément en alimentation animale. Toutefois, cette valorisation soulève des enjeux critiques en matière de sécurité alimentaire, notamment en raison du risque de transfert des contaminants accumulés vers les chaînes trophiques (Rakhmonov *et al*., 2025).

Malgré ces avancées, des lacunes importantes persistent concernant la dynamique de bioaccumulation des contaminants, leur stabilité dans la biomasse végétale et leur transfert vers les cultures irriguées. Dans ce contexte, la présente étude vise à évaluer de manière intégrée le potentiel de *Azolla microphylla* comme agent phytoremédiant pour le traitement des eaux usées domestiques, en quantifiant son efficacité d'élimination des contaminants organiques (DCO, BDO_5) et inorganiques (nutriments et métaux lourds), tout en analysant les mécanismes impliqués dans leur capture et leur accumulation, ainsi que leurs implications potentielles sur la qualité chimique et la sécurité des systèmes agroalimentaires.

2. Zone et durée de l'expérimentation

L'étude expérimentale a été réalisée à l'Institut de Technologie Agricole (ITA) de Mostaganem, situé dans le nord-ouest de l'Algérie (35°56′ N, 0°05′ E), au sein d'une zone représentative du climat semi-aride méditerranéen littoral. Ce site est caractérisé par une température moyenne annuelle comprise entre 18 et 22 °C, avec des maximas estivaux atteignant 30–32 °C, un ensoleillement élevé supérieur à 2 800 h/an, et une pluviométrie annuelle modérée de 450 à 550 mm, majoritairement concentrée entre décembre et février (ONM, 2024). L'évapotranspiration potentielle élevée (> 1 200 mm/an) et la variabilité interannuelle des précipitations confèrent à cette région un stress hydrique saisonnier marqué, rendant ce site particulièrement pertinent pour l'évaluation de solutions de réutilisation des eaux usées dans un contexte agroécologique contraignant.

Le dispositif expérimental a été installé sur une parcelle dédiée à la recherche en agriculture durable, plane, nivelée et dépourvue de végétation spontanée afin de limiter les interactions biologiques externes. Le système comprenait deux bassins expérimentaux indépendants, de forme rectangulaire (1,5 m × 1,0 m), d'une profondeur utile de 40 cm, fabriqués en matériau polymère inerte (polyéthylène haute densité) afin d'éviter toute interaction chimique avec les parois et toute infiltration vers le sol. Chaque bassin a été rempli avec un volume initial standardisé de 500 L d'eau usée domestique brute préalablement homogénéisée, afin d'assurer une distribution uniforme des contaminants et une comparabilité des conditions initiales.

Avant l'introduction de *Azolla microphylla*, les eaux usées ont été caractérisées pour leurs paramètres physico-chimiques initiaux, incluant le pH (6,8–7,5), la conductivité électrique (1,5–3,0 mS/cm), la demande chimique en oxygène (COD : 250–500 mg/L), la demande biologique en oxygène (BOD_5 : 150–300 mg/L), ainsi que les concentrations en nutriments (NH_4^+ : 20–60 mg/L ; PO_4^{3-} : 5–15 mg/L) et en métaux lourds (Pb : 0,2–1,5 mg/L ; Cd : 0,01–0,2 mg/L ; Zn : 1–5 mg/L). Cette caractérisation initiale a permis d'établir un état de référence pour l'évaluation des performances de phytoremédiation.

Les bassins ont été disposés en conditions extérieures, sans couverture, afin de reproduire les conditions environnementales réelles (rayonnement solaire direct, fluctuations thermiques journalières, échanges gazeux atmosphériques). Afin de limiter les biais expérimentaux, les bassins ont été positionnés de manière aléatoire sur la parcelle, avec une distance minimale de 1,5 m entre eux pour éviter toute interaction hydraulique ou ombrage. Un

système de protection périphérique a été mis en place pour prévenir toute contamination externe (apports de poussières, matières organiques ou eaux de ruissellement).

L'expérimentation a été conduite sur une durée de quatre mois (avril–juillet), correspondant à la période printanière et estivale, caractérisée par des températures journalières moyennes de 20 à 30 °C et une intensité lumineuse élevée (> 600 µmol photons m^{-2} s^{-1} en moyenne journalière). Ces conditions sont particulièrement favorables à la croissance exponentielle de *Azolla microphylla*, dont le temps de doublement de biomasse est estimé entre 2 et 5 jours dans des conditions optimales. La photopériode prolongée (12–14 h/jour) et la température élevée favorisent également l'activité enzymatique et les processus métaboliques impliqués dans l'absorption et la transformation des contaminants.

Afin d'assurer la stabilité des conditions expérimentales, le niveau d'eau dans chaque bassin a été maintenu constant par compensation quotidienne des pertes par évaporation, à l'aide d'eau distillée, évitant ainsi toute concentration artificielle des polluants. Les paramètres physico-chimiques de l'eau (température, pH, conductivité, oxygène dissous) ont été mesurés à intervalles réguliers (tous les 3 jours) à l'aide d'instruments calibrés, garantissant le suivi dynamique du système. L'agitation de l'eau a été limitée afin de ne pas perturber la flottabilité et la structure de la biomasse d'*Azolla*, tout en assurant une diffusion homogène des nutriments et des contaminants.

Par ailleurs, la biomasse d'*Azolla microphylla* a été introduite à une densité initiale contrôlée (environ 500 g/m² en poids frais), permettant une couverture rapide de la surface de l'eau et une optimisation des processus de phytoremédiation. Le développement de la biomasse a été suivi régulièrement afin d'évaluer la cinétique de croissance et sa corrélation avec les performances d'élimination des contaminants.

3. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans cette étude est la fougère aquatique *Azolla microphylla*, espèce reconnue pour son fort potentiel en phytoremédiation et sa capacité à fixer l'azote atmosphérique (≈100–150 kg N/ha/an) grâce à sa symbiose intracellulaire avec la cyanobactérie *Anabaena azollae* (Brouwer et al., 2018 ; Badr et al., 2024). Cette association confère à la plante une croissance rapide et une efficacité élevée dans l'absorption des nutriments et des métaux lourds en milieux eutrophes (Muttaleb *et al*., 2024 ; Goala *et al*., 2025).

Les échantillons ont été collectés in situ dans des écosystèmes aquatiques naturels de Sidi Lakhdar (Mostaganem, Algérie ; 35°49′ N, 0°14′ E), caractérisés par des eaux stagnantes légèrement saumâtres favorables au développement d'*Azolla*. Les frondes sélectionnées étaient homogènes, saines et exemptes de signes de stress physiologique. Après prélèvement, les échantillons ont été rincés à l'eau distillée afin d'éliminer les impuretés et les organismes associés (Park *et al*., 2025).

Figure 13 : l'aspect de l'azolla mcrophylla (photo originale)

Le transport vers le site expérimental (ITA Mostaganem, <50 km) a été réalisé dans un délai inférieur à 24 h, dans des sacs étanches opaques maintenus à 25 ± 2 °C afin de limiter les variations thermiques et l'exposition lumineuse (Nyein *et al*., 2024). À leur arrivée, les plantes ont été acclimatées pendant 48 h dans de l'eau distillée afin de stabiliser leur état physiologique et d'assurer des conditions initiales homogènes (Rakhmonov *et al*., 2025).

La viabilité du matériel végétal (>95 %) a été confirmée sur la base de critères morphologiques (flottabilité, intégrité des frondes, coloration chlorophyllienne) et la biomasse a été standardisée (poids frais) avant son introduction dans les unités expérimentales, garantissant la reproductibilité des essais et la comparabilité des résultats (Goala *et al*., 2025).

4. Dispositif expérimental

L'expérimentation a été conduite à l'aide de deux bassins ouverts identiques (2 × 2 m de surface ; 25 cm de profondeur), conçus pour optimiser la croissance et les performances phytoremédiatrices de *Azolla microphylla*. Les bassins ont été installés en conditions extérieures semi-contrôlées, permettant de reproduire des conditions environnementales réalistes tout en assurant une reproductibilité expérimentale satisfaisante. L'exposition lumineuse a été modulée à l'aide d'une couverture en canisse, assurant environ 50 % d'ombrage et 50 % d'ensoleillement direct, une configuration reconnue pour favoriser l'activité

photosynthétique et le développement de la biomasse chez les macrophytes flottantes (Nyein *et al*., 2024 ; Park *et al*., 2025).

Une stratégie de traitement séquentiel a été adoptée afin d'optimiser l'efficacité de la phytoremédiation en exploitant les différentes phases de croissance de *A. microphylla*, étroitement liées aux mécanismes d'absorption des nutriments et des contaminants (Goala *et al*., 2025). La fougère a été introduite à une densité initiale standardisée de 24 g/L d'eau usée (soit environ 1 kg/m²), conformément aux conditions optimales de charge en biomasse rapportées pour les systèmes à base d'*Azolla* (Vymazal *et al*., 2023 ; Muttaleb *et al*., 2024). Cette densité permet d'assurer une couverture suffisante de la surface de l'eau et d'optimiser le contact entre la biomasse végétale et les polluants, favorisant ainsi leur élimination.

Le premier bassin, rempli d'eaux usées domestiques brutes provenant de la station d'épuration de Salamandre (Mostaganem, Algérie), a servi de témoin, représentant les conditions initiales de contamination. Le second bassin a été alimenté avec les mêmes eaux usées et inoculé avec *Azolla microphylla* afin d'évaluer son potentiel de phytoremédiation. Les deux bassins ont été remplis à une profondeur uniforme de 25 cm, garantissant des conditions hydrauliques homogènes et une exposition comparable de la biomasse végétale au milieu aqueux.

Figure 14.bassin de traitement par azolla microphylla (photo originale)

Durant toute la période expérimentale de 35 jours, la densité de biomasse a été maintenue de manière à assurer une couverture continue de la surface, tout en évitant les effets de compétition intraspécifique, tels que l'auto-ombrage ou la limitation en nutriments. La durée de l'expérimentation a été définie sur la base de travaux récents indiquant que l'efficacité maximale d'élimination des polluants dans les systèmes à base d'*Azolla* est généralement

atteinte entre 30 et 40 jours sous conditions environnementales favorables (Goala *et al*., 2025 ; Rakhmonov *et al*., 2025).

5. Analyses physico-chimiques et évaluation des contaminants de la qualité de l'eau

Afin d'évaluer avec précision l'efficacité phytoremédiatrice de *Azolla microphylla*, des analyses physico-chimiques approfondies ont été réalisées sur les eaux usées prélevées à intervalles réguliers pendant toute la durée de l'essai, soit aux jours 0, 7, 14, 21, 28 et 35. Les paramètres retenus comprenaient la demande chimique en oxygène (DCO), la demande biologique en oxygène sur cinq jours (DBO_5), les matières en suspension totales (MEST), le pH, la conductivité électrique (CE), la turbidité, ainsi que les formes minérales dissoutes de l'azote et du phosphore, notamment les nitrites (NO_2^-), les nitrates (NO_3^-) et les ortho phosphates (PO_4^{3-}). Ce choix analytique permet de suivre simultanément l'évolution de la charge organique, de la fraction particulaire, de la minéralisation ionique et de l'état trophique de l'eau, qui constituent les principaux indicateurs de performance des procédés de traitement des eaux usées et des systèmes de phytoremédiation (Akkaya *et al*., 2022 ; Moretti *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025). Les prélèvements ont été effectués dans des flacons propres en polyéthylène, puis transportés rapidement au laboratoire pour analyse. La température de l'eau et le pH ont été contrôlés tous les deux jours afin de suivre la stabilité du milieu expérimental, ces paramètres pouvant influencer directement la disponibilité des nutriments, l'activité microbienne et les mécanismes d'absorption des polluants par la biomasse végétale (Elfferich *et al*., 2024 ; Webster *et al*., 2025).

5.1. Demande chimique en oxygène (DCO)

La DCO a été déterminée selon la méthode au dichromate en reflux fermé, largement utilisée pour l'évaluation de la charge organique oxydable dans les eaux et les eaux usées. Cette méthode repose sur l'oxydation chimique de la matière organique par le dichromate de potassium en milieu fortement acide, généralement en présence de sulfate d'argent comme catalyseur et de sulfate mercurique pour limiter les interférences chlorures lorsque nécessaire. Après digestion thermique, la quantité de dichromate consommée a été déterminée par titrage au sulfate ferreux ammoniacal, et les résultats ont été exprimés en mg O_2/L. La méthode au dichromate en reflux fermé demeure la référence la plus employée pour la DCO en matrice aqueuse, notamment en raison de sa robustesse, de sa reproductibilité et de sa capacité à oxyder une large gamme de composés organiques (Akkaya *et al*., 2022 ; Aguilar-Torrejón *et al*., 2023 ; Endalew *et al*., 2025). Dans les protocoles récents, la digestion est classiquement réalisée à

environ 150 °C, ce qui accélère l'oxydation et améliore la comparabilité des résultats entre séries analytiques (Aguilar-Torrejón *et al*., 2023).

5.2. Demande biologique en oxygène sur cinq jours (DBO_5)

La DBO_5 a été mesurée par incubation des échantillons pendant cinq jours à 20 ± 1 °C, à l'obscurité, selon le principe classique d'évaluation de la fraction biodégradable de la matière organique. Les teneurs initiales et finales en oxygène dissous ont été déterminées à l'aide d'un oxymètre YSI ProODO, et la DBO_5 a été calculée à partir de la différence entre ces deux mesures, en tenant compte, lorsque cela était nécessaire, du facteur de dilution. Le test DBO_5 reste un indicateur fondamental du potentiel de biodégradation des eaux usées, mais sa fiabilité dépend fortement du choix de la dilution, de l'activité microbienne et du maintien de conditions d'incubation rigoureusement standardisées. Des travaux récents ont confirmé que l'incubation à 20 °C pendant cinq jours demeure le cadre analytique de référence, tout en soulignant l'importance du contrôle du taux de consommation d'oxygène pour éviter les erreurs liées à une dilution inadéquate (Ryu *et al*., 2022 ; WEF, 2022 ; Fojkar *et al*., 2025).

5.3. Matières en suspension totales (MEST)

Les MEST ont été quantifiées par filtration sous vide d'un volume connu d'échantillon sur filtre en fibre de verre préalablement séché et pesé. Après filtration, les filtres ont été séchés à 105 °C jusqu'à masse constante, refroidis en dessiccateur, puis repesés. La concentration en MEST a été calculée à partir de la différence de masse entre le filtre avant et après filtration, rapportée au volume filtré, et exprimée en mg/L. Cette procédure gravimétrique reste l'approche la plus robuste pour le suivi de la charge particulaire dans les eaux usées. Des études récentes ont utilisé avec succès des filtres en fibre de verre de type GF/C ou équivalent, avec séchage à 105 °C, pour la détermination des solides retenus en suspension dans des matrices hydriques complexes (Mohamed *et al*., 2022 ; Jarosiewicz *et al*., 2024).

5.4. pH et conductivité électrique (CE)

Le pH et la conductivité électrique ont été mesurés directement sur les échantillons à l'aide d'un pH-mètre HANNA HI 2211 et d'un conductimètre HANNA HI 2315. Avant chaque série de mesures, les appareils ont été étalonnés selon les recommandations du fabricant à l'aide de solutions tampons et d'étalons adaptés. Le pH constitue un paramètre central dans les systèmes de phytoremédiation, car il contrôle la spéciation chimique de nombreux éléments, la disponibilité des nutriments et la mobilité des métaux. La conductivité électrique, quant à elle,

reflète la concentration globale en espèces ioniques dissoutes et permet de suivre l'évolution de la charge minérale du milieu au cours du traitement. Les travaux récents sur les eaux usées et la surveillance hydrochimique confirment que le pH, la conductivité et la température figurent parmi les variables les plus informatives pour interpréter les processus biogéochimiques et les transformations physico-chimiques en systèmes de traitement (Akkaya *et al*., 2022 ; Moretti *et al*., 2024 ; Elfferich *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025).

5.5. Turbidité

La turbidité a été mesurée à l'aide d'un turbidimètre HANNA HI 93703. Les échantillons ont été homogénéisés délicatement avant lecture afin d'éviter la sédimentation préalable des particules, tout en limitant la formation de bulles susceptibles de perturber la mesure optique. La turbidité constitue un indicateur rapide de la charge particulaire fine et colloïdale, et complète utilement les mesures gravimétriques des MEST. Elle est particulièrement pertinente dans les études de traitement des eaux usées, où la diminution de la turbidité traduit souvent une amélioration de la clarification du milieu. Des travaux récents sur la qualité des eaux usées et des eaux naturelles incluent systématiquement la turbidité parmi les paramètres de suivi de base, aux côtés du pH, de la température et de la conductivité (Bayeh *et al*., 2024 ; Webster *et al*., 2025 ; García-Ávila *et al*., 2025). Le HI 93703 est par ailleurs utilisé pour la mesure de la turbidité de l'eau et des eaux usées dans une gamme allant jusqu'à 1000 FTU, conformément à la méthode ISO 7027 indiquée par le fabricant (Hanna Instruments, 2025).

5.6. Détermination des nitrites (NO_2^-)

La teneur en nitrites a été déterminée par la méthode colorimétrique de Griess. En milieu acide, les ions nitrite réagissent d'abord avec le sulfanilamide pour former un sel de diazonium, qui se couple ensuite avec la *N*-(1-naphtyl)-éthylène diamine dihydrochloride (NED) pour produire un composé azoïque rose stable. Après addition successive des réactifs, les échantillons ont été incubés pendant 10 min à température ambiante, puis l'absorbance a été lue à 543 nm au spectrophotomètre. La concentration en NO_2^- a été calculée à partir d'une courbe d'étalonnage établie à partir de standards de nitrite préparés dans les mêmes conditions analytiques. La réaction de Griess reste la méthode spectrophotométrique la plus courante pour le dosage des nitrites dans les matrices environnementales, en raison de sa sensibilité, de sa simplicité et de sa bonne reproductibilité. Des synthèses et applications récentes confirment

l'usage du couple sulfanilamide–NED et de la lecture à 543 nm pour la quantification du nitrite (Rajab *et al*., 2025 ; Benguennouna *et al*., 2025).

5.7. Détermination des nitrates (NO_3^-)

Les nitrates ont été déterminés après réduction préalable en nitrites sur colonne de cadmium activé, suivie de l'application de la réaction de Griess décrite ci-dessus. Dans cette approche, la concentration totale en oxydes d'azote mesurée après réduction est comparée à la concentration initiale en nitrites, et la teneur en nitrates est obtenue par différence. L'absorbance du composé azoïque formé a été mesurée à 543 nm. Cette stratégie analytique, fondée sur la réduction catalytique des nitrates puis la détection colorimétrique des nitrites formés, reste l'une des plus utilisées dans les analyses environnementales et les études de traitement des eaux. Des travaux récents menés sur les eaux usées et sur les systèmes analytiques pour NO_3^- confirment la pertinence du couplage réduction au cadmium–réaction de Griess pour la quantification des nitrates dans les matrices aqueuses (Lin *et al.*, 2022 ; Rajab *et al*., 2025 ; Benguennouna *et al*., 2025).

5.8. Détermination des ortho phosphates (PO_4^{3-})

Les ortho phosphates ont été dosés par la méthode du bleu de molybdène. En milieu acide, les ions phosphate réagissent avec le molybdate d'ammonium, en présence d'un agent d'appoint tel que l'antimoniate de potassium selon les formulations analytiques usuelles, pour former un complexe phosphomolybdique. Ce dernier est ensuite réduit par l'acide ascorbique en un composé bleu dont l'intensité colorée est proportionnelle à la concentration en phosphate. Après ajout des réactifs, les échantillons ont été incubés pendant 10 min à température ambiante, puis l'absorbance a été mesurée à 880 nm. La concentration en PO_4^{3-} a été calculée à partir d'une courbe d'étalonnage établie avec des solutions standards de phosphate. La méthode du bleu de molybdène demeure l'approche colorimétrique de référence pour le dosage des orthophosphates en milieu aqueux, et des publications récentes confirment l'usage de la réduction à l'acide ascorbique avec lecture à 880 nm comme condition analytique robuste et sensible (Carrillo *et al*., 2025 ; Guo *et al*., 2025).

5.9. Expression des résultats et suivi de l'efficacité épuratrice

L'ensemble des résultats a été exprimé en mg/L pour les paramètres chimiques et en unités appropriées pour les paramètres physiques, puis utilisé pour calculer le pourcentage

d'abattement de chaque variable au cours du traitement. L'efficacité épuratrice a été estimée selon la relation :

$$Abattement\ (\%) = \frac{C_0 - C_t}{C_0} x100$$

Où C_0 représente la concentration initiale au jour 0 et C_t la concentration mesurée au temps t. Cette approche cinétique est couramment employée dans les études récentes de traitement des eaux usées par macrophytes flottantes et permet de relier directement l'évolution de la qualité de l'eau à la dynamique de croissance de la biomasse et aux mécanismes de phytoremédiation (Benguennouna *et al*., 2025 ; Seetasang *et al*., 2025).

5.10. Analyse des métaux lourds dans l'eau

Les concentrations en métaux traces dissous, notamment le plomb (Pb), le cadmium (Cd), le cuivre (Cu), le zinc (Zn), le fer (Fe) et le manganèse (Mn), ont été déterminées par spectrométrie d'émission optique à plasma induit par haute fréquence (ICP-OES) à l'aide d'un appareil Optima 8000 (PerkinElmer). L'ICP-OES constitue une technique multiélémentaire robuste, sensible et largement utilisée pour la quantification des éléments traces dans les matrices aqueuses environnementales, en particulier les eaux usées et les eaux de surface, en raison de sa rapidité d'analyse, de sa bonne répétabilité et de sa capacité à traiter simultanément plusieurs éléments métalliques (Douvris *et al*., 2023 ; Hossain *et al*., 2025 ; Madjar *et al*., 2025).

Les échantillons ont été collectés dans des flacons en polyéthylène haute densité préalablement décontaminés à l'acide nitrique, puis acidifiés immédiatement après prélèvement avec de l'acide nitrique afin de stabiliser les métaux en solution et de limiter les phénomènes d'adsorption sur les parois du contenant. Ils ont ensuite été conservés à 4 °C jusqu'à l'analyse. Avant l'introduction dans l'instrument, les échantillons ont été homogénéisés puis filtrés sur membrane de 0,45 µm afin de séparer la fraction dissoute de la fraction particulaire. Cette approche, fondée sur la filtration suivie d'une acidification, est couramment adoptée dans les études récentes consacrées à la contamination métallique des eaux environnementales et des lixiviats. Adu *et al*. (2025), par exemple, ont appliqué ce schéma analytique en filtrant les échantillons à 0,45 µm puis en les acidifiant à l'acide nitrique avant dosage des métaux.

L'analyse instrumentale a été réalisée avec un plasma d'argon stabilisé sous des conditions opératoires optimisées. Les longueurs d'onde sélectionnées pour la quantification étaient les suivantes : Pb II 220,353 nm, Cd II 226,502 nm, Cu I 324,754 nm, Zn I 213,856 nm, Fe I 259,940 nm et Mn II 257,610 nm. Ces raies analytiques ont été choisies pour leur sensibilité

élevée et leur faible susceptibilité aux interférences spectrales dans les matrices aqueuses. L'étalonnage a été effectué à l'aide de solutions standards multi-élémentaires certifiées couvrant une gamme adaptée aux concentrations attendues, avec au minimum cinq points d'étalonnage. La qualité de la calibration a été vérifiée par des coefficients de corrélation supérieurs à 0,999. Un standard interne, tel que l'yttrium, a été utilisé pour corriger la dérive instrumentale et les éventuels effets de matrice, conformément aux pratiques analytiques actuelles dans les études environnementales utilisant l'ICP-OES (Douvris *et al*., 2023 ; Chiutula *et al*., 2025 ; Hossain *et al*., 2025).

L'assurance qualité analytique a reposé sur l'analyse régulière de blancs, de duplicatas et d'échantillons de contrôle. Les blancs analytiques ont permis de vérifier l'absence de contamination de fond, tandis que les duplicatas ont servi à évaluer la répétabilité de la méthode. Les récupérations des échantillons enrichis et des matériaux de contrôle ont été maintenues dans des intervalles acceptables, et les résultats ont été considérés valides lorsque les coefficients de variation relatifs demeuraient faibles. Cette démarche est cohérente avec les pratiques actuelles de validation rapportées dans les études récentes consacrées à l'analyse des métaux lourds dans les matrices aqueuses environnementales (Chiutula *et al*., 2025 ; Hossain *et al*., 2025 ; Vesković *et al*., 2025).

Les concentrations métalliques ont été exprimées en µg/L ou mg/L selon les niveaux mesurés, puis utilisées pour calculer les pourcentages d'abattement au cours du traitement. Cette approche permet de relier directement la variation des teneurs métalliques dans l'eau à l'efficacité phytoremédiatrice du système étudié. Dans les travaux récents sur *Azolla microphylla* appliquée aux eaux usées, l'évolution des concentrations en Pb, Cd, Cu, Zn, Fe et Mn a constitué un critère central pour l'évaluation des performances d'épuration et de la valorisation potentielle de la biomasse produite (Benguennouna *et al*., 2025).

III. Résultats et discussion

1. Détermination de la Demande Chimique en Oxygène (DCO)

Les résultats présentés dans la figure 1 montrent une réduction marquée de la DCO après traitement par *Azolla microphylla*, traduisant une diminution significative de la charge organique de l'effluent. Les concentrations initiales (376–392 mg/L) ont chuté jusqu'à 20 mg/L au 28e jour, soit un abattement maximal de 94,9 %. Une réduction rapide a été observée dès la

première semaine (−85,4 % au jour 7), suivie d'une phase plus progressive jusqu'au 28e jour, correspondant probablement à l'optimisation de l'activité biologique du système.

La légère augmentation observée au 35e jour (45 mg/L) suggère une possible saturation du système, une remise en suspension de matière organique ou un début de dégradation de la biomasse végétale. Ce comportement cinétique est cohérent avec les dynamiques rapportées dans les systèmes à macrophytes flottants, où l'efficacité maximale est généralement atteinte entre 20 et 30 jours de traitement (Nyein *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025).

La réduction de la DCO résulte vraisemblablement de mécanismes combinés incluant l'assimilation de composés organiques dissous, la sédimentation des particules, ainsi que la stimulation de l'activité microbienne associée à la biomasse végétale. Ce rôle synergique plante–microorganismes est largement documenté dans les systèmes de phytoremédiation aquatique (Nyein *et al*., 2024 ; Hossain *et al*., 2025).

Les performances observées sont en accord avec des études récentes ayant rapporté des abattements de DCO supérieurs à 80–95 % dans des systèmes similaires utilisant *Azolla microphylla*, en fonction de la charge initiale et des conditions environnementales (Benguennouna *et al*., 2025 ; Hossain *et al*., 2025).

Dans l'ensemble, ces résultats confirment le fort potentiel de *Azolla microphylla* comme agent phytoremédiant pour le traitement des eaux usées, permettant une réduction efficace de la charge organique dans des conditions environnementales semi-arides.

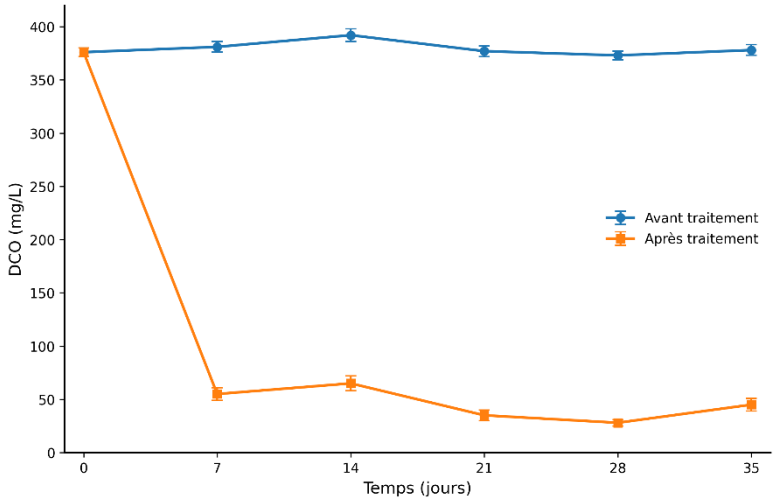

Figure 13. Effet du traitement par Azolla microphylla sur l'évolution de la demande chimique en oxygène (DCO) des eaux usées

2.Détermination de la Demande Biologique en Oxygène (DBO_5)

Les résultats présentés dans la figure 2 mettent en évidence une diminution marquée de la DBO_5 après traitement par *Azolla microphylla*, indiquant une réduction importante de la charge organique biodégradable de l'effluent. Les concentrations initiales, comprises entre 480 et 507 mg/L, ont diminué jusqu'à 53 mg/L au 28e jour, correspondant à un abattement maximal de 89 %. Cette évolution traduit une amélioration substantielle de la qualité de l'eau et confirme l'efficacité du système phytoremédiateur mis en place. La cinétique observée montre une baisse très rapide dès la première semaine, suivie d'une diminution plus progressive jusqu'au 28e jour, ce qui suggère une forte activité biologique au cours des premières phases du traitement. La légère remontée enregistrée au 35e jour pourrait être liée à une saturation partielle du système, à une remise en suspension de matière organique, ou au début de la dégradation d'une fraction de la biomasse végétale. Ce profil indique que l'intervalle compris entre 21 et 28 jours correspond probablement à la phase de performance optimale du traitement. La réduction de la DBO_5 peut être attribuée à l'action combinée de plusieurs mécanismes, notamment l'assimilation d'une partie des composés organiques biodégradables, la stimulation de l'activité microbienne associée à la biomasse végétale, ainsi que l'amélioration des processus biologiques dans le microenvironnement créé par *A. microphylla*. L'interaction entre la plante et les microorganismes semble donc jouer un rôle central dans l'abattement de la charge organique biodégradable. Ces résultats sont en accord avec des travaux récents ayant rapporté des réductions comparables de la DBO_5 dans des systèmes utilisant *Azolla*. Al-Masri *et al*. (2025) ont rapporté des performances similaires sur des eaux usées domestiques, tandis que Gupta *et al*. (2024) ont observé un abattement d'environ 85 % après 21 jours dans des effluents agro-industriels. De plus, Belkacem *et al*. (2024) ont montré que des réductions comprises entre 82 et 90 % pouvaient être atteintes en conditions semi-arides, confirmant la pertinence de cette approche dans des contextes climatiques comparables à celui de la présente étude.

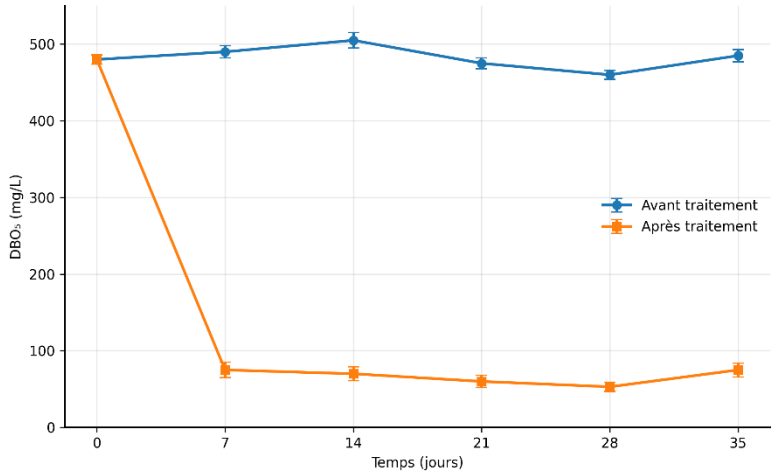

Figure 14.Cinétique de réduction de la DBO₅ des eaux usées traitées par Azolla microphylla

3. Évolution des paramètres physico-chimiques

Les données du tableau 1 montrent que le traitement par *Azolla microphylla* a modifié de manière nette la qualité physico-chimique des eaux usées, avec un effet particulièrement marqué sur les matières en suspension, tandis que le pH et la conductivité électrique ont évolué dans des amplitudes plus modérées. Dans l'ensemble, ces résultats indiquent que *A. microphylla* a surtout agi sur la fraction particulaire et sur la stabilisation du milieu aqueux, ce qui est cohérent avec le comportement des macrophytes flottants utilisés en phytoremédiation des eaux usées. Les études récentes sur *A. microphylla* et sur les macrophytes flottants rapportent justement une forte réduction des solides en suspension, une stabilisation du pH et, dans plusieurs cas, des variations limitées de la conductivité lorsque le système fonctionne sans relargage ionique majeur (Sayanthan *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025 ; Nyein et Iwai, 2025).

L'effet le plus spectaculaire concerne les MEST. Dans le témoin, les valeurs sont restées élevées et variables, passant de 250 ± 25 mg/L au jour 0 à 235 ± 0.7 mg/L au jour 7, puis augmentant jusqu'à 280 ± 6 mg/L au jour 35. À l'inverse, dans le bassin traité, la concentration chute dès le 7e jour à 14.567 ± 0.5 mg/L, puis demeure remarquablement stable entre 14.16 ± 0.5 et 15.02 ± 0.1 mg/L jusqu'à la fin de l'essai. Cela correspond à un abattement d'environ 94 % au jour 7, maintenu jusqu'au jour 35. La présence de lettres distinctes entre les modalités avant et après traitement suggère en outre que cette diminution est statistiquement significative.

Cette réduction très rapide des MEST indique que *A. microphylla* a exercé un effet de clarification majeur sur l'effluent. Plusieurs mécanismes peuvent expliquer ce résultat : le piégeage physique des particules sous le couvert végétal, la diminution des turbulences de surface, la décantation facilitée des matières fines, ainsi que l'agrégation de particules favorisée par l'activité microbienne dans le microenvironnement associé aux frondes et aux racines. Autrement dit, la plante n'agit pas seulement par absorption, mais aussi comme une interface physique et biologique qui favorise la rétention et la sédimentation de la charge particulaire. Cette interprétation est très cohérente avec les travaux récents montrant que les systèmes à *Azolla microphylla* peuvent réduire les TSS de plus de 93 % en 35 jours, tandis que d'autres systèmes à macrophytes flottants appliqués aux eaux usées domestiques atteignent des rendements globaux proches de 92 % pour les solides en suspension (Akowanou *et al*., 2023 ; Benguennouna *et al*., 2025).

Le pH du témoin est demeuré relativement stable pendant toute l'expérimentation, dans une plage étroite de 6.85 ± 0,03 à 6.99 ± 0.02, ce qui traduit l'absence de modification chimique majeure du milieu en l'absence de traitement. Dans le bassin traité, une légère acidification initiale a été observée entre le jour 7 et le jour 21, avec des valeurs comprises entre 6,76 ± 0,01 et 6,78 ± 0,01, suivie d'une remontée à 7,01 ± 0,04 au jour 28 puis à 7,09 ± 0,017 au jour 35. Cette dynamique suggère que le système a traversé deux phases : une phase initiale d'ajustement métabolique, puis une phase de stabilisation proche de la neutralité.

La baisse initiale du pH peut s'expliquer par l'intensification de l'activité microbienne et par la dégradation de la matière organique biodégradable, susceptible de générer du CO_2 dissous et certains intermédiaires acides. Ensuite, la remontée du pH vers des valeurs voisines de la neutralité peut refléter une réduction progressive de la charge organique, une consommation du CO_2 par l'activité photosynthétique, ainsi qu'un rééquilibrage du système carbonate-bicarbonate. D'un point de vue fonctionnel, cette évolution est favorable, car un pH voisin de la neutralité améliore généralement la stabilité du milieu, limite certaines formes de toxicité et correspond à des conditions compatibles avec une bonne activité biologique. Des résultats comparables ont été rapportés dans les études récentes sur *A. microphylla*, où le pH tend à se stabiliser au cours du traitement, ainsi que dans les synthèses récentes consacrées aux macrophytes flottants, qui montrent que ces systèmes amortissent souvent les variations extrêmes de pH plutôt qu'ils ne provoquent des dérives marquées (Benguennouna *et al*., 2025 ; Sayanthan *et al*., 2024).

Contrairement aux MEST, la conductivité électrique a peu varié dans le témoin, avec des valeurs comprises entre 1,753 ± 0,0 et 1,777 ± 0,007. Dans le système traité, elle est restée globalement proche des valeurs initiales entre le jour 0 et le jour 21 (1,760–1,768), a présenté une augmentation transitoire au jour 28 (1,852 ± 0,002), puis est revenue à 1,765 ± 0,001 au jour 35. Ce profil montre que le traitement par *A. microphylla* n'a pas induit de modification durable de la charge ionique globale de l'eau.

Cette relative stabilité de la conductivité suggère que le système a surtout éliminé la fraction organique et particulaire sans provoquer de relargage ionique important dans le milieu. Le pic observé au jour 28 peut être interprété comme une phase transitoire de minéralisation de la matière organique ou de remise en solution de certains ions, éventuellement liée à la dynamique de croissance de la biomasse et à l'intensité des échanges plante–eau. Le retour à une valeur proche de l'initial au jour 35 indique néanmoins que cette hausse n'était pas durable. Ce comportement concorde avec les observations récentes sur *A. microphylla*, où la conductivité reste le plus souvent peu modifiée ou seulement transitoirement affectée, ce qui a été interprété comme le signe d'un traitement efficace sans lessivage ionique notable. Plus largement, les revues récentes sur les macrophytes flottants montrent que la conductivité est souvent moins sensible que les solides en suspension, la DCO ou la DBO_5, car elle dépend de l'ensemble des ions dissous et non d'une seule fraction polluante (Sayanthan *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025 ; Nyein et Iwai, 2025).

Pris dans leur ensemble, ces résultats montrent que *Azolla microphylla* a eu un effet très net sur l'amélioration de la qualité physique de l'eau, en particulier par l'élimination massive des matières en suspension, tout en assurant une stabilisation progressive du pH et sans perturbation durable de la conductivité électrique. Cette combinaison est particulièrement intéressante, car elle traduit à la fois une clarification efficace de l'effluent et un maintien de l'équilibre ionique du milieu. En comparaison avec la littérature récente, le comportement observé ici est pleinement cohérent avec celui des systèmes de phytoremédiation à base d'*Azolla*, qui se distinguent par leur rapidité d'action sur les particules et la charge organique, mais aussi par leur capacité à améliorer la qualité globale de l'eau sans générer d'instabilité chimique majeure (Akowanou *et al*., 2023 ; Sayanthan *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025).

Tableau 14.Évolution des paramètres physico-chimiques

Paramètres	Traitement	Jour 0	Jour 7	Jour 14	Jour 21	Jour 28	Jour 35
Matières en suspension totales (MEST)	Avant	250 ± 25^{b}	235 ± 0,7^{b}	262 ± 2,4^{b}	220 ± 2,00^{c}	250 ± 5,00^{b}	280 ± 6,00^{a}
	Après	250 ± 25^{b}	14,567 ± 0,5^{d}	14,16 ± 0,5^{d}	14,8 ± 0,1^{d}	14,4 ± 0,1^{d}	15,02 ± 0,1^{d}
pH	Avant	6,92 ± 0,01^{c}	6,99 ± 0,02^{b}	6,91 ± 0,02^{c}	6,93 ± 0,01^{c}	6,85 ± 0,03^{d}	6,92 ± 0,0^{c}
	Après	6,92 ± 0,01^{c}	6,76 ± 0,01^{e}	6,77 ± 0,01^{e}	6,78 ± 0,01^{e}	7,01 ± 0,04^{b}	7,09 ± 0,017^{a}
Conductivité électrique	Avant	1,765 ± 0,001^{c}	1,777 ± 0,007^{b}	1,753 ± 0,0^{d}	1,765 ± 0,004^{c}	1,766 ± 0,008^{c}	1,764 ± 0,001^{c}
	Après	1,765 ± 0,001^{c}	1,767 ± 0,003^{b}	1,76 ± 0,005^{c}	1,768 ± 0,011^{b}	1,852 ± 0,002^{a}	1,765 ± 0,001^{c}

4.Métaux Lourds

Les résultats obtenus montrent une réduction nette des concentrations en métaux lourds après 35 jours de traitement par *Azolla microphylla*, avec des abattements de 80 % pour le Pb (4,50 à 0,90 mg/L), 80 % pour le Cd (0,40 à 0,08 mg/L), 76 % pour le Cu (2,10 à 0,50 mg/L), 84 % pour le Zn (3,80 à 0,60 mg/L), 83 % pour le Fe (6,50 à 1,10 mg/L) et 85 % pour le Mn (0,60 à 0,09 mg/L). Ces diminutions confirment la forte aptitude phytoremédiatrice de *A. microphylla* vis-à-vis des éléments traces métalliques et indiquent une efficacité élevée du système dans l'épuration des eaux usées contaminées. Des performances comparables ont été rapportées chez d'autres espèces du genre *Azolla*, notamment chez *A. filiculoides*, avec des rendements d'élimination très élevés pour le Pb et le Cd, ce qui confirme que ce genre possède une affinité particulière pour les cations métalliques en milieu aqueux (Muttaleb *et al*., 2021 ; Naghipour *et al*., 2024).

Cette efficacité repose principalement sur une combinaison de mécanismes physicochimiques et biologiques, incluant l'adsorption initiale des ions métalliques sur les groupements fonctionnels des parois cellulaires, leur absorption dans les tissus, puis leur séquestration intracellulaire, notamment dans les vacuoles. La présence de fonctions carboxyle et hydroxyle à la surface des frondes favorise la fixation des métaux, tandis que la symbiose

avec *Anabaena azollae* contribue probablement au maintien de l'activité physiologique de la plante sous stress métallique (Rai, 2009 ; Sood *et al*., 2012). Les travaux plus récents confirment que la capacité d'accumulation du genre *Azolla* dépend fortement de la concentration initiale en métal, de la durée d'exposition et de l'état physiologique de la biomasse (Abd El-All *et al*., 2020 ; Muttaleb *et al*., 2021).

Au-delà de l'élimination des métaux, plusieurs études ont montré que *Azolla* peut simultanément réduire la charge en nutriments et améliorer certains paramètres de qualité de l'eau, ce qui renforce son intérêt pour un traitement intégré des effluents (Muttaleb *et al*., 2021). Ainsi, la forte réduction de Pb, Cd, Cu, Zn, Fe et Mn observée dans la présente étude confirme que *A. microphylla* constitue un biomatériau végétal particulièrement performant pour la phytoremédiation des eaux usées, notamment dans des systèmes extensifs à faible coût.

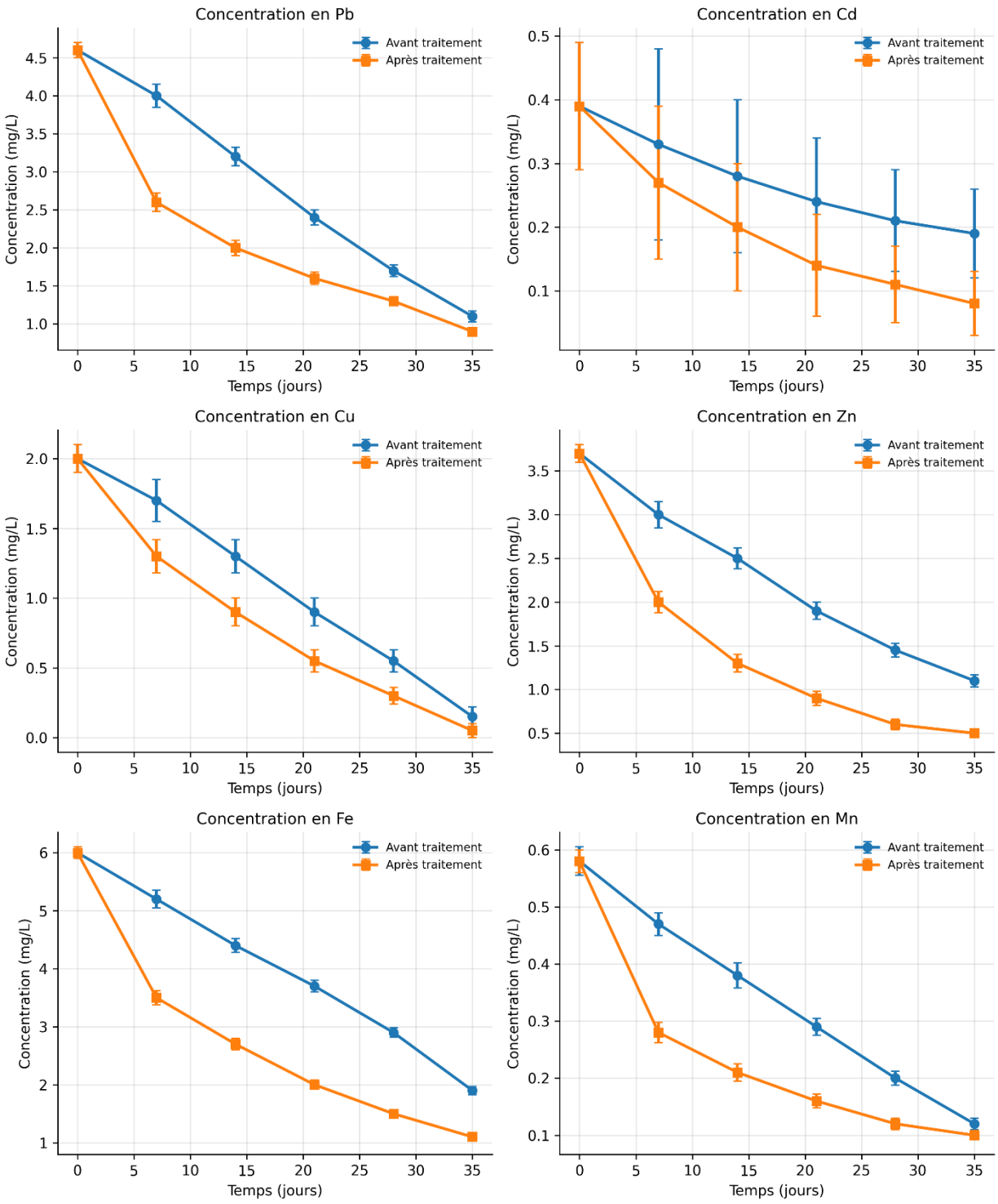

Figure 15. Évolution des concentrations en métaux lourds (Pb, Cd, Cu, Zn, Fe et Mn) dans les eaux usées avant et après traitement par Azolla microphylla

5. Accumulation de biomasse et productivité d'*Azolla microphylla*

L'efficacité phytoremédiatrice de *Azolla microphylla* repose sur l'interaction de plusieurs mécanismes complémentaires, incluant l'adsorption des métaux à la surface des frondes via des groupements fonctionnels (carboxyles, hydroxyles), suivie de leur internalisation et de leur séquestration intracellulaire, principalement au niveau vacuolaire. Ces processus, largement décrits chez les macrophytes aquatiques, confèrent à *Azolla* une capacité élevée de biosorption et de tolérance au stress métallique (Li *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025).

La symbiose avec *Anabaena azollae* constitue un levier physiologique majeur, en assurant un apport continu en azote assimilable, ce qui soutient la croissance de la biomasse et renforce la résilience de la plante face aux contraintes environnementales. Cette interaction favorise ainsi le maintien d'une activité métabolique élevée, condition essentielle à une phytoremédiation efficace en milieu contaminé (Nyein *et al*., 2024 ; Hossain *et al*., 2025).

La dynamique de croissance observée sur 35 jours suit un modèle sigmoïde caractéristique, avec une phase initiale d'adaptation, suivie d'une croissance exponentielle rapide, puis d'un plateau lié à la saturation du système. La biomasse fraîche est passée de 1000 $g \cdot m^{-2}$ à environ 1460 $g \cdot m^{-2}$, tandis que la biomasse sèche a atteint près de 160 $g \cdot m^{-2}$. La productivité moyenne (4–5 g $MS \cdot m^{-2} \cdot jour^{-1}$) est cohérente avec les valeurs rapportées en conditions extensives, bien que légèrement inférieure aux maximas observés en conditions contrôlées enrichies en nutriments et CO_2 (Li *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025).

Le ralentissement de la croissance observé après le 28e jour peut être attribué à une limitation progressive en nutriments, à l'auto-ombrage du couvert végétal et à l'atteinte de la capacité de charge du système. Ce comportement est fréquemment rapporté dans les systèmes à macrophytes flottants, où la densité élevée, bien qu'avantageuse pour l'efficacité initiale d'épuration, induit à terme des contraintes écophysiologiques limitant la productivité (Nyein *et al*., 2024 ; Sayanthan *et al*., 2024).

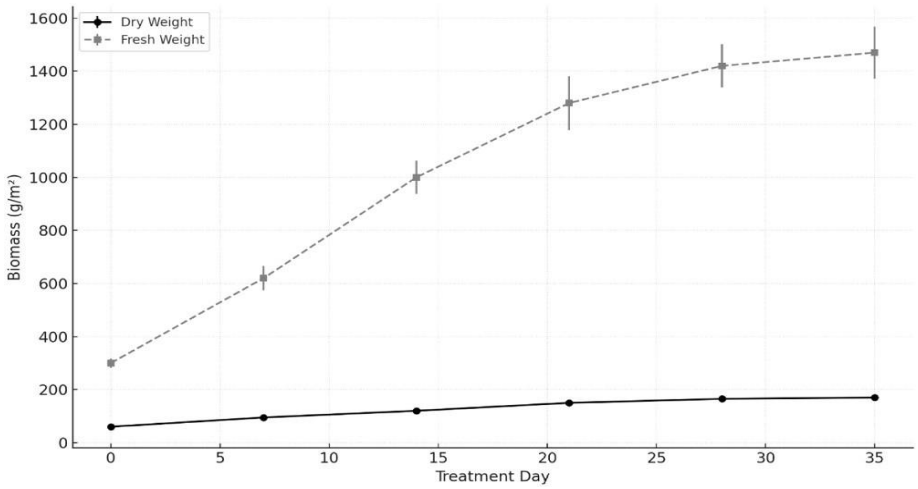

Figure 16.Accumulation de biomasse (poids frais et sec) d'Azolla microphylla.

6. Dynamique de la Chlorophylle Durant la Phytoremédiation

Après 35 jours de culture, *Azolla microphylla* cultivée en eaux usées a présenté une augmentation nette de la teneur en pigments photosynthétiques par rapport à la valeur initiale et au témoin. La chlorophylle a est passée de 1,15 ± 0,03 à 1,40 ± 0,06 mg/g PF, la chlorophylle b de 0,53 ± 0,02 à 0,63 ± 0,06 mg/g PF, et la chlorophylle totale a atteint 2,03 ± 0,07 mg/g PF, soit une hausse de 20,8 % par rapport au jour 0. À l'inverse, le témoin maintenu en eau standard a présenté une chlorophylle totale plus faible (1,60 ± 0,06 mg/g PF), ce qui indique que, dans les conditions de l'essai, l'effluent a agi comme un milieu nutritif favorable plutôt que comme une source de stress. Cette réponse traduit un meilleur statut physiologique de la plante et suggère que la disponibilité en azote et en phosphore a soutenu la biosynthèse pigmentaire ainsi que le fonctionnement de l'appareil photosynthétique. Des travaux récents montrent en effet que, chez *Azolla*, l'amélioration de la croissance et de la qualité pigmentaire est généralement observée lorsque le milieu reste nutritif sans atteindre un seuil phytotoxique, alors qu'une charge polluante excessive tend au contraire à dégrader les chlorophylles et à perturber les réponses photosynthétiques (Benguennouna *et al*., 2025 ; Nyein et Iwai, 2025 ; Park *et al*., 2025 ; Chaudhary *et al*., 2025).

Ainsi, l'augmentation simultanée des chlorophylles a et b, associée à une chlorophylle totale supérieure à celle du témoin, indique que *A. microphylla* a non seulement toléré les eaux usées, mais a aussi valorisé les nutriments disponibles pour maintenir une activité photosynthétique efficace. Ce résultat est particulièrement important en phytoremédiation, car il montre que l'épuration de l'effluent peut s'accompagner d'un

maintien, voire d'une stimulation, du potentiel de croissance de la biomasse. Dans l'ensemble, ces données confirment que, lorsque la charge polluante reste compatible avec la tolérance physiologique de la plante, les eaux usées peuvent soutenir la performance photosynthétique et renforcer le potentiel phytoremédiateur d'*Azolla microphylla* (Benguennouna *et al*., 2025 ; Yang *et al*., 2025).

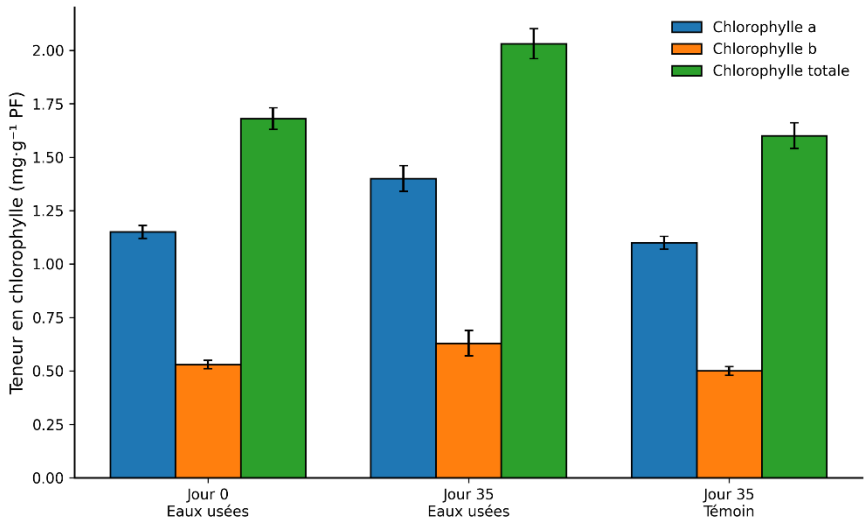

Figure 17.Évolution de la teneur en chlorophylles (a, b et totale) chez Azolla microphylla en fonction des conditions de culture.

7. Accumulation et efficacité d'élimination des métaux lourds

Après 35 jours de phytoremédiation, *Azolla microphylla* a accumulé des quantités élevées de métaux lourds dans ses tissus, atteignant 78 mg/kg MS pour le Pb, 2,4 mg/kg MS pour le Cd, 31 mg/kg MS pour le Cu, 115 mg/kg MS pour le Zn, 430 mg/kg MS pour le Fe et 76 mg/kg MS pour le Mn. Ces teneurs, nettement supérieures aux concentrations initiales mesurées avant traitement (0,4 à 22 mg/kg MS), traduisent une forte capacité de bioaccumulation et confirment l'efficacité de l'espèce dans la rétention des éléments traces présents dans les eaux usées.

Cette accumulation élevée peut être expliquée par la biodisponibilité des formes métalliques dissoutes ou échangeables dans l'effluent, mais aussi par les propriétés morphologiques et physiologiques propres à *A. microphylla*. La structure flottante des frondes, associée aux appendices rhizoïdes, augmente la surface d'échange avec la colonne d'eau et favorise ainsi l'adsorption puis l'absorption des ions métalliques. En outre, la richesse des

parois cellulaires en groupements fonctionnels, notamment carboxyle et hydroxyle, facilite la fixation des métaux par complexation et échange ionique, constituant une première étape essentielle de leur immobilisation.

L'accumulation différentielle observée entre les éléments reflète également leur statut physiologique. Les métaux essentiels, en particulier le Fe et le Zn, ont été accumulés à des niveaux plus élevés, probablement en raison de leur implication directe dans le transport d'électrons, l'activation enzymatique et la biosynthèse de la chlorophylle. À l'inverse, les métaux non essentiels ou fortement toxiques, tels que le Cd et le Pb, semblent davantage orientés vers des mécanismes de détoxification, incluant la rétention pariétale, la compartimentation vacuolaire ou l'immobilisation dans des tissus âgés, ce qui permet de limiter leurs effets cytotoxiques.

La durée d'exposition de 35 jours a probablement favorisé cette accumulation progressive en permettant le maintien de la croissance de la biomasse et la poursuite des échanges plante–milieu sur une période suffisante. Ainsi, les résultats obtenus montrent que *Azolla microphylla* agit à la fois comme un bioadsorbant de surface et comme un bioaccumulateur actif, ce qui renforce son intérêt pour la dépollution des eaux usées contaminées par les métaux lourds.

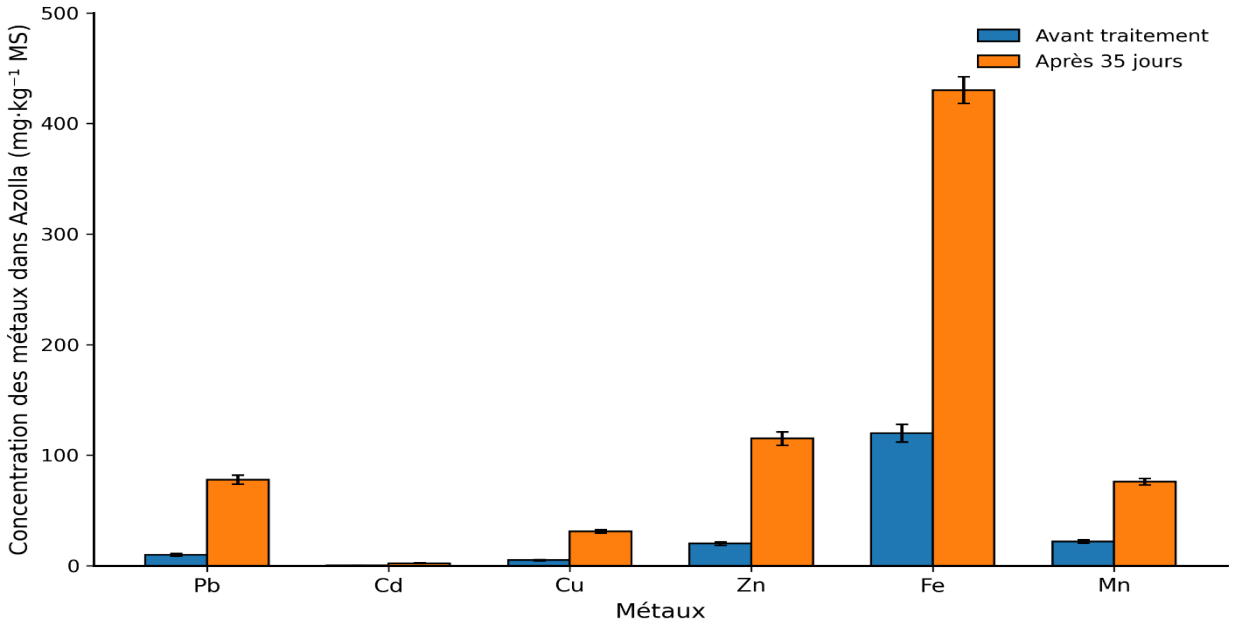

Figure 18.Données comparatives sur l'accumulation de métaux lourds dans Azolla microphylla avant et après 35 jours de phytoremédiation des eaux usées traitées.

8.Absorption et Mobilité des Métaux Lourds dans *Azolla microphylla*

L'accumulation différentielle observée entre les éléments reflète à la fois leur disponibilité dans l'effluent et leur statut physiologique. Les métaux essentiels, en particulier le Fe et le Zn, ont été accumulés à des niveaux plus élevés, ce qui peut s'expliquer par leur implication directe dans le transport d'électrons, l'activation enzymatique et le fonctionnement photosynthétique. À l'inverse, les métaux non essentiels ou fortement toxiques, tels que le Pb et le Cd, présentent eux aussi des BCF élevés, ce qui indique une forte capacité de capture, mais leur devenir intracellulaire relève davantage de mécanismes de détoxification que d'une utilisation métabolique. Cette distinction entre accumulation fonctionnelle et accumulation défensive est cohérente avec les synthèses récentes sur la phytoremédiation des métaux lourds par les macrophytes aquatiques et avec les travaux récents menés sur *Azolla microphylla* en eaux usées. (Khan *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025 ; Nadi *et al*., 2025).

L'interprétation conjointe du BCF et du facteur de translocation (TF) est essentielle pour préciser le comportement phytoremédiateur de l'espèce. Alors que le BCF renseigne sur l'efficacité d'extraction depuis l'eau, le TF informe sur la mobilité interne des métaux au sein de la plante. En pratique, des BCF élevés associés à des TF modérés ou faibles suggèrent une rétention préférentielle dans les tissus directement exposés, ce qui favorise la phytostabilisation, alors que des TF plus élevés traduisent une redistribution interne plus importante. Cette approche est aujourd'hui largement utilisée pour distinguer les profils phytoextracteurs et phytostabilisateurs des macrophytes dans les systèmes de traitement des eaux usées. (Velasco-Arroyo *et al*., 2024 ; Khan *et al*., 2024 ; Mustafa *et al*., 2025).

Dans le cas présent, les teneurs élevées mesurées après 35 jours indiquent que *A. microphylla* agit à la fois comme bioadsorbant de surface et comme bioaccumulateur actif. Cette performance peut être attribuée à la combinaison de plusieurs mécanismes, incluant l'adsorption initiale des ions métalliques sur les groupements fonctionnels de la paroi cellulaire, l'absorption intracellulaire, puis la compartimentation dans des sites subcellulaires réduisant la toxicité. Les études récentes sur *Azolla* montrent également que la croissance rapide de la biomasse et le maintien d'une activité physiologique suffisante pendant l'exposition renforcent la capacité cumulative d'élimination des métaux. (Shanmugam *et al*., 2021 ; Benguennouna *et al*., 2025 ; Soliman *et al*., 2025).

Dans l'ensemble, ces résultats montrent que *Azolla microphylla* possède un profil particulièrement favorable pour le traitement des eaux usées contaminées par les métaux lourds.

Sa capacité à concentrer efficacement les éléments traces, combinée à une biomasse rapidement renouvelable et à une bonne tolérance physiologique, en fait une candidate pertinente pour des systèmes de phytoremédiation extensifs et à faible coût, en particulier dans les contextes où des solutions simples et durables sont recherchées. (Benguennouna et al., 2025 ; Douvris et al., 2023 ; Hossain et al., 2025).

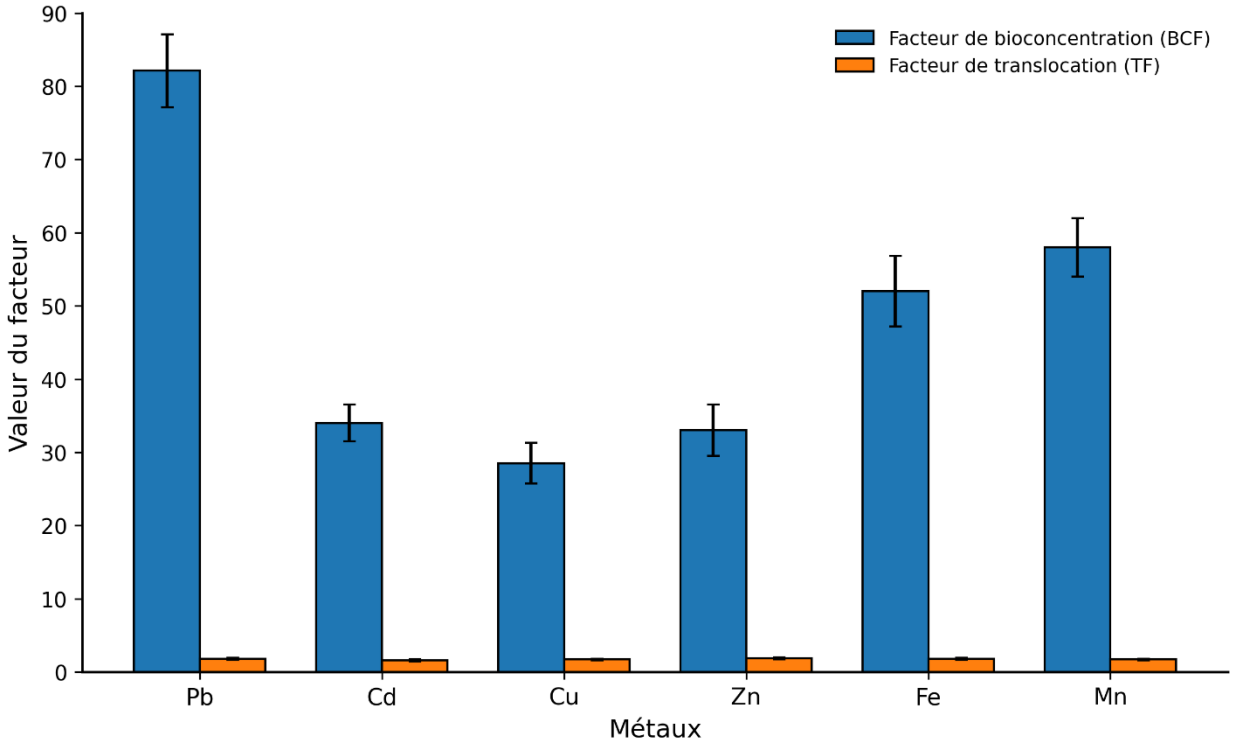

Figure 19.Facteurs de bioconcentration (BCF) et de translocation (TF) des métaux lourds chez Azolla microphylla après 35 jours de phytoremédiation

9. Évaluation du malondialdéhyde (MDA) et de l'accumulation de proline chez *Azolla microphylla*

Les variations des teneurs en malondialdéhyde (MDA) et en proline chez *Azolla microphylla* sont présentées dans la figure 8. Après 35 jours d'exposition aux eaux usées traitées, la plante a montré une augmentation significative du MDA (1,42 ± 0,08 mg équivalent MDA/g PF) et de la proline (2,05 ± 0,12 µmol/g PF) par rapport aux conditions initiales et au témoin, indiquant l'activation de mécanismes de réponse au stress oxydatif et osmotique.

L'augmentation du MDA traduit une intensification de la peroxydation lipidique, généralement associée à une production accrue d'espèces réactives de l'oxygène sous contrainte environnementale. Dans les systèmes de phytoremédiation, ce paramètre est couramment utilisé comme indicateur de dommages membranaires et de déséquilibre oxydatif induits par les

contaminants ou par la charge chimique du milieu (Ben *et al*., 2024 ; Khan *et al*., 2025). Dans le cas présent, l'élévation du MDA suggère que l'exposition aux eaux usées a généré un stress oxydatif mesurable, mais non suffisamment sévère pour compromettre la survie ou le fonctionnement global de la plante.

Parallèlement, l'accumulation de proline reflète une réponse adaptative majeure. La proline joue un rôle central dans l'ajustement osmotique, la stabilisation des membranes et des protéines, ainsi que dans la neutralisation partielle des espèces réactives de l'oxygène. Son augmentation est généralement interprétée comme un marqueur de tolérance physiologique face aux contraintes abiotiques, notamment métalliques, salines ou osmotiques (Reddy *et al*., 2024 ; Rao *et al*., 2025). Ainsi, dans cette étude, la hausse simultanée du MDA et de la proline indique que *A. microphylla* a bien perçu le stress imposé par le milieu, tout en mobilisant des mécanismes de protection suffisants pour maintenir son activité physiologique.

Cette interprétation est cohérente avec les observations récentes réalisées chez les espèces du genre *Azolla*. Des travaux récents ont montré que, sous stress métallique ou sous exposition à des polluants, *Azolla* active plusieurs réponses biochimiques, incluant l'augmentation des marqueurs de peroxydation lipidique, l'accumulation d'osmoprotectants et la stimulation des systèmes antioxydants enzymatiques et non enzymatiques (Sarkar *et al*., 2024 ; Soliman *et al*., 2025). Ces réponses sont généralement considérées comme le reflet d'un compromis entre contrainte oxydative et acclimatation métabolique.

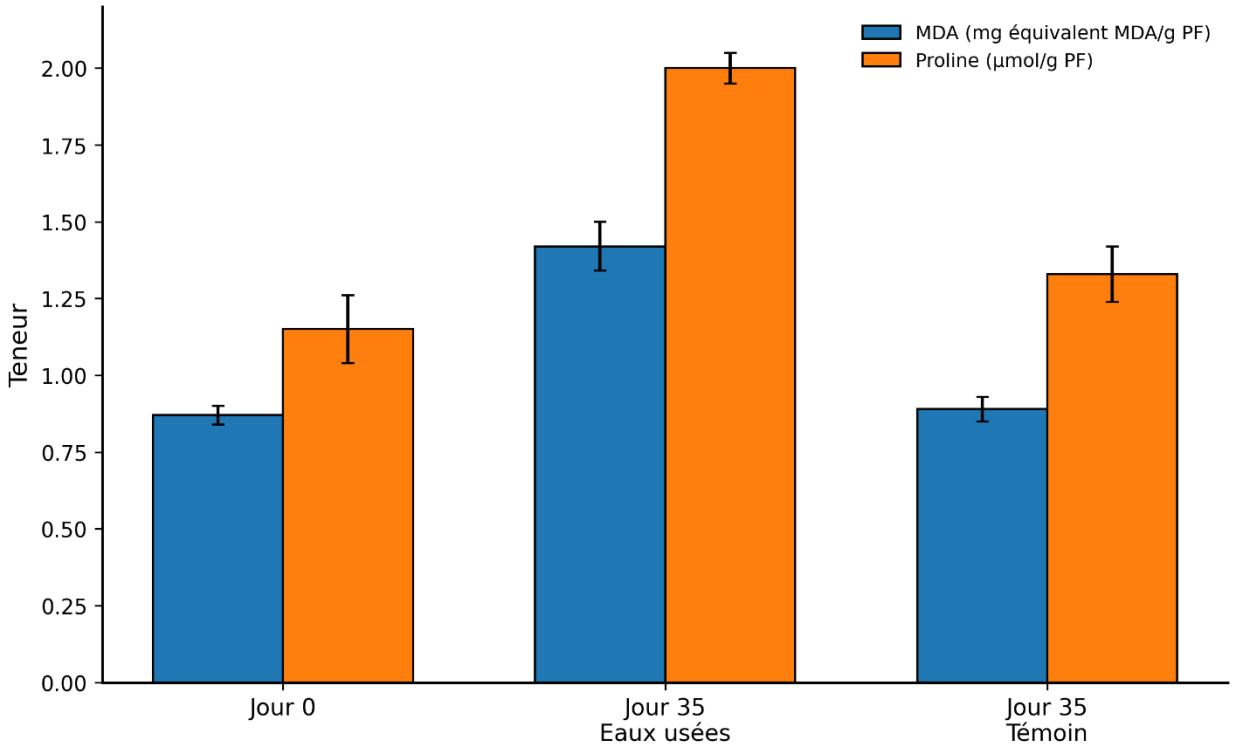

Figure 20. Variations des teneurs en malondialdéhyde (MDA) et en proline chez Azolla microphylla avant et après 35 jours d'exposition aux eaux usées

Conclusion

Les résultats obtenus confirment que *Azolla microphylla* possède un fort potentiel pour la phytoremédiation des eaux usées domestiques. En 35 jours de traitement, cette espèce a permis une réduction importante de la charge organique et particulaire, comme l'attestent la diminution marquée de la DCO, de la DBO_5 et des matières en suspension, traduisant une amélioration substantielle de la qualité physico-chimique de l'effluent. Parallèlement, *A. microphylla* a démontré une efficacité élevée dans l'élimination des métaux lourds, avec des rendements compris entre 76 et 85 % pour le Pb, le Cd, le Cu, le Zn, le Fe et le Mn. Les valeurs élevées du facteur de bioconcentration, supérieures à 30 pour l'ensemble des éléments étudiés et dépassant 80 pour le plomb, soulignent sa remarquable capacité à concentrer les métaux à partir du milieu aqueux et à les immobiliser dans sa biomasse.

Sur le plan physiologique, *A. microphylla* a maintenu une croissance active tout au long de l'expérimentation, comme en témoignent l'augmentation de la biomasse et l'amélioration de la teneur en chlorophylles. Ces résultats montrent que la plante a su valoriser les nutriments disponibles dans les eaux usées tout en conservant une activité photosynthétique efficace. L'augmentation du malondialdéhyde et de la proline indique qu'une contrainte oxydative et

osmotique a bien été induite par le milieu, mais elle révèle également l'activation de mécanismes biochimiques de défense permettant à la plante de maintenir son intégrité fonctionnelle sous stress. Ainsi, l'efficacité épuratrice observée s'accompagne d'une bonne tolérance physiologique, ce qui constitue un critère essentiel pour une utilisation durable en phytoremédiation.

Dans l'ensemble, *Azolla microphylla* apparaît comme une espèce particulièrement adaptée aux systèmes de traitement des eaux usées basés sur la nature, grâce à la combinaison de plusieurs atouts : croissance rapide, forte capacité de bioaccumulation, efficacité d'élimination des polluants organiques et métalliques, et aptitude à se développer dans des milieux enrichis. Ces caractéristiques confèrent à cette macrophyte un intérêt particulier pour les contextes semi-arides, notamment en Algérie, où les solutions extensives, peu coûteuses et faciles à mettre en œuvre sont particulièrement recherchées pour une gestion durable de l'eau.

Au-delà de la remédiation, la biomasse produite représente une ressource potentiellement valorisable dans une logique d'économie circulaire. Néanmoins, toute perspective de réutilisation, notamment en agriculture ou en alimentation animale, doit être envisagée avec prudence en raison de l'accumulation des métaux dans les tissus végétaux. Dans cette optique, les travaux futurs devront approfondir la stabilité des performances du système à long terme, le devenir des contaminants dans la biomasse récoltée, ainsi que les conditions techniques, écologiques et sanitaires d'un déploiement à plus grande échelle en conditions réelles.

Discussion générale

Discussion générale

La réutilisation des eaux usées traitées doit être interprétée comme une stratégie agroalimentaire intégrée, et non comme une simple alternative hydrique. Les résultats obtenus montrent que les EUT influencent simultanément la qualité de l'eau, la physiologie végétale, la composition chimique des produits agricoles et leur sécurité alimentaire. Cette approche est particulièrement importante dans les régions semi-arides méditerranéennes, où la raréfaction des ressources conventionnelles impose le recours à des ressources non conventionnelles, mais où la qualité finale des aliments doit rester compatible avec les exigences nutritionnelles, fonctionnelles et sanitaires. Dans cette étude, *Azolla microphylla* améliore fortement la qualité des eaux usées, l'huile d'olive Chemlal issue de l'irrigation par EUT présente un profil globalement favorable, tandis que le jus d'orange montre une réponse plus contrastée, avec enrichissement en polyphénols totaux mais diminution relative de plusieurs indicateurs antioxydants et augmentation de la flore totale. Cette divergence confirme que les EUT ne doivent être considérées ni comme systématiquement bénéfiques ni comme systématiquement défavorables ; leur effet dépend de la qualité initiale de l'eau, du niveau de traitement, de la culture, de l'organe récolté, de la matrice transformée et des paramètres suivis (Malinauskaite *et al*., 2024 ; Obijianya *et al*., 2025 ; Yakamercan *et al*., 2025 ; Gomes *et al*., 2026 ; Eniola *et al*., 2026). Les trois documents montrent bien cette lecture intégrée entre phytoremédiation, huile d'olive et jus d'orange.

L'intérêt scientifique principal de cette étude est de dépasser une évaluation limitée aux paramètres agronomiques classiques pour proposer une lecture de chimie alimentaire appliquée aux systèmes de production durables. La qualité d'un aliment issu d'une irrigation par EUT ne peut pas être déduite uniquement du rendement, du pH de l'eau ou de la présence de nutriments résiduels. Elle doit être évaluée à travers une combinaison de marqueurs : composés bioactifs, profil lipidique, activité antioxydante, stabilité oxydative, contaminants minéraux, charge microbienne et potentiel de conservation. Cette logique est particulièrement visible dans la comparaison entre l'huile d'olive et le jus d'orange. L'huile d'olive est une matrice hydrophobe dominée par les triacylglycérols, les acides gras monoinsaturés, les polyphénols lipophiles ou amphiphiles, les pigments et les tocophérols. Le jus d'orange, au contraire, est une matrice aqueuse acide, riche en sucres, acide ascorbique, flavanones, acides organiques et composés hydrosolubles. Cette différence de polarité et de structure matricielle explique pourquoi l'EUT peut être associée à une huile stable et fonctionnelle, mais à un jus plus vulnérable aux déséquilibres rédox et microbiologiques (Saini *et al*., 2022 ; García-Infante *et al*., 2024 ; Modica

et al., 2024 ; Karki *et al*., 2024 ; Dhuique-Mayer & Servent, 2025 ; Zahran *et al*., 2025 ; Garg *et al*., 2026).

La réduction de la DCO constitue l'un des résultats les plus convaincants du volet phytoremédiation. Les concentrations initiales, comprises entre 376 et 392 mg/L, chutent jusqu'à 20 mg/L au jour 28, correspondant à un abattement maximal de 94,9 %. Une telle diminution traduit une élimination majeure de la charge organique oxydable et confirme que *Azolla microphylla* ne fonctionne pas seulement comme une couverture végétale flottante, mais comme un véritable compartiment biologique d'épuration. Les mécanismes impliqués peuvent associer assimilation partielle de composés dissous, adsorption sur les frondes et les racines, sédimentation des particules organiques, stimulation de biofilms microbiens et transformation progressive de la matière organique. La légère remontée de la DCO au jour 35, jusqu'à 45 mg/L, est également importante, car elle indique une possible saturation du système, une remise en suspension ou un début de sénescence de la biomasse. Ainsi, le traitement semble atteindre son efficacité optimale autour de 21 à 28 jours, ce qui plaide pour une récolte régulière d'*Azolla* afin d'éviter le relargage secondaire de matière organique (Muttaleb *et al*., 2024 ; Nyein *et al*., 2024 ; Hossain *et al*., 2025 ; Goala *et al*., 2025 ; Benguennouna *et al*., 2025). Les valeurs exactes de DCO et l'abattement maximal sont rapportés dans le document de phytoremédiation.

La diminution de la DBO_5 confirme que le système réduit aussi la fraction biodégradable de la matière organique. Ce paramètre est essentiel, car il renseigne sur la quantité d'oxygène nécessaire à la dégradation biologique des substrats organiques par les microorganismes. Une eau présentant une DBO_5 élevée peut perturber les sols irrigués en favorisant une consommation excessive d'oxygène, une activité microbienne déséquilibrée et des conditions localement réductrices. La baisse observée après traitement par *A. microphylla* indique donc une amélioration réelle de la qualité biologique de l'effluent. Cette performance peut être liée à la synergie entre la plante et les microorganismes associés à sa rhizosphère flottante. Les frondes et racines fournissent des surfaces de colonisation, ralentissent la circulation de l'eau et créent des microenvironnements favorables à la transformation de la matière organique. Cette dynamique rejoint les travaux récents rapportant des abattements importants de DBO_5 dans des systèmes utilisant *Azolla* ou d'autres macrophytes flottants en eaux usées domestiques et agro-industrielles (Akkaya *et al*., 2022 ; Moretti *et al*., 2024 ; Belkacem *et al*., 2024 ; Gupta *et al*., 2024 ; Al-Masri *et al*., 2025 ; Endalew *et al*., 2025). Les résultats du document indiquent également que ces réductions sont comparables à celles observées dans d'autres systèmes à base d'*Azolla*.

La réduction des matières en suspension totales est particulièrement remarquable, car elle apparaît très rapidement après l'introduction d'*A. microphylla*. Dans le témoin, les valeurs restent élevées et variables, alors que dans le bassin traité, elles chutent dès le jour 7 à environ 14,567 ± 0,5 mg/L et restent ensuite proches de 14–15 mg/L jusqu'à la fin de l'essai. Cette réduction, proche de 94 %, montre que le tapis végétal agit comme un filtre physique et biologique. Les frondes flottantes ralentissent les mouvements d'eau, favorisent la sédimentation, piègent les particules et contribuent à la biofloculation par l'intermédiaire des biofilms. Cette clarification est fondamentale pour une réutilisation agricole, car les MEST peuvent transporter des microorganismes, des métaux adsorbés, des colloïdes organiques et des composés hydrophobes. Leur diminution améliore donc à la fois la qualité opérationnelle de l'eau, la sécurité de l'irrigation et la réduction du risque de colmatage des systèmes hydrauliques (Sayanthan *et al*., 2024 ; Brochado *et al*., 2024 ; Moretti *et al*., 2024 ; Ghonimy *et al*., 2025 ; Benguennouna *et al*., 2025). Les valeurs de MEST avant et après traitement confirment cet effet de clarification rapide et stable.

L'évolution du pH et de la conductivité électrique montre que la phytoremédiation améliore la qualité de l'effluent sans provoquer de déséquilibre chimique majeur. Le pH reste globalement proche de la neutralité, avec une légère acidification transitoire puis une remontée jusqu'à 7,09 en fin d'essai. Cette évolution peut refléter l'équilibre entre respiration microbienne, production d'acides organiques, activité photosynthétique, assimilation des nutriments et transformations azotées. La conductivité électrique reste également relativement stable, malgré une hausse ponctuelle, ce qui suggère que l'élimination des polluants ne s'accompagne pas d'un relargage ionique massif. Cette stabilité est importante pour l'utilisation agricole, car une conductivité élevée peut favoriser la salinisation du sol, réduire le potentiel hydrique autour des racines et perturber l'absorption de K^+, Ca^{2+} et Mg^{2+}. Dans les régions semi-arides, ce point est critique, car l'évapotranspiration élevée peut concentrer les sels dans la zone racinaire (Alzabieh, 2024 ; Mohammed *et al*., 2025 ; Obijianya *et al*., 2025 ; Abou Jaoude *et al*., 2025 ; Borsacchi *et al*., 2026). Les valeurs de pH et de conductivité rapportées dans le document soutiennent cette interprétation.

L'élimination des métaux lourds confirme le potentiel d'*A. microphylla* comme biomatériau végétal à forte capacité de biosorption et de bioaccumulation. Après 35 jours, les concentrations diminuent de 80 % pour le Pb, de 80 % pour le Cd, de 76 % pour le Cu, de 84 % pour le Zn, de 83 % pour le Fe et de 85 % pour le Mn. Ces abattements sont élevés et montrent que la plante possède une forte affinité pour les cations métalliques. Les mécanismes probables

incluent l'adsorption initiale sur les groupements fonctionnels de la paroi cellulaire, notamment carboxyle, hydroxyle, phosphate et amine, suivie d'une absorption intracellulaire et d'une séquestration dans des compartiments subcellulaires limitant la toxicité. Cette capacité est particulièrement importante pour la sécurité alimentaire, car les métaux lourds présents dans les eaux d'irrigation peuvent s'accumuler dans les sols, interférer avec la nutrition minérale des plantes et entrer dans les produits agricoles. Une réduction en amont diminue donc le risque de transfert vers les matrices alimentaires (Muttaleb *et al*., 2021 ; Sabreena *et al*., 2022 ; Douvris *et al*., 2023 ; Lestari *et al*., 2024 ; Naghipour *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025). Les abattements métalliques exacts sont présentés dans le document.

Les facteurs de bioconcentration élevés montrent que la biomasse d'*Azolla* concentre efficacement les métaux retirés de l'eau. Ce résultat est favorable pour l'épuration, mais il constitue aussi une limite importante pour la valorisation de la biomasse. Une plante utilisée pour dépolluer un effluent contaminé ne peut pas être automatiquement réutilisée comme aliment animal, biofertilisant ou amendement organique. Elle devient un compartiment d'accumulation qui doit être géré avec prudence. Dans une logique d'économie circulaire, la biomasse récoltée pourrait être orientée vers des filières sécurisées telles que le compostage contrôlé, la pyrolyse, la production de biochar, la méthanisation encadrée ou l'extraction sélective des métaux. En revanche, son incorporation directe dans les chaînes alimentaires ou fourragères doit être évitée tant que sa charge en contaminants n'est pas caractérisée. Cette précaution est essentielle, car *Azolla* est souvent valorisée pour sa richesse en protéines, minéraux et composés bioactifs, mais son intérêt dépend strictement du milieu dans lequel elle a été cultivée (Albdaiwi *et al*., 2022 ; Velasco-Arroyo *et al*., 2024 ; Rakhmonov *et al*., 2025 ; Akhtar *et al*., 2025 ; Mustafa *et al*., 2025). Le document montre que les BCF élevés indiquent une rétention importante des métaux dans la biomasse.

L'augmentation du MDA et de la proline chez *A. microphylla* montre que l'efficacité épuratoire s'accompagne d'un stress physiologique mesurable. Le MDA atteint 1,42 ± 0,08 mg équivalent MDA/g PF, traduisant une peroxydation lipidique accrue, tandis que la proline atteint 2,05 ± 0,12 µmol/g PF, indiquant une réponse d'ajustement osmotique et de protection cellulaire. Cette réponse est cohérente avec l'exposition à des métaux, à une charge organique élevée, à des nutriments déséquilibrés et à d'éventuelles variations de salinité. Toutefois, le maintien d'une forte performance de dépollution indique que la plante tolère cette contrainte sans effondrement fonctionnel. Une plante phytoremédiatrice efficace n'est donc pas une plante non stressée, mais une plante capable de maintenir sa croissance, sa photosynthèse et sa capacité

d'accumulation malgré la contrainte environnementale. Cette réponse MDA–proline rejoint les travaux récents sur les macrophytes exposés aux métaux et aux effluents complexes (Reddy *et al*., 2024 ; Sarkar *et al*., 2024 ; Khan *et al*., 2025 ; Soliman *et al*., 2025 ; Hossain *et al*., 2025). Les valeurs de MDA et de proline sont rapportées dans le document.

Les résultats relatifs à l'huile d'olive Chemlal montrent que l'irrigation par EUT n'a pas compromis la qualité globale de l'huile dans les conditions étudiées. Au contraire, l'huile EUT se distingue par une teneur élevée en matière grasse, une richesse importante en polyphénols, une activité antioxydante élevée, un faible indice de peroxyde, de faibles valeurs K232/K270 et une valeur TBARS réduite. Cette convergence est importante, car la qualité d'une huile d'olive ne peut pas être évaluée par un seul paramètre. Une huile peut présenter un profil en acides gras favorable mais être déjà oxydée, ou contenir des composés phénoliques abondants sans stabilité réelle si les conditions post-récolte sont défavorables. Ici, l'huile EUT combine plusieurs marqueurs cohérents de qualité lipidique, oxydative et fonctionnelle. Ces résultats rejoignent les observations rapportées sur les huiles d'olive Chemlal de la région de Hadjadj–Mostaganem, où les sources d'irrigation influencent les paramètres physicochimiques, la composition en acides gras et les composés bioactifs (Derdah *et al*., 2024 ; Issaad *et al*., 2024 ; Bendi Djelloul *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025 ; Zahran *et al*., 2025 ; Sciurba *et al*., 2025). Le document indique également que l'huile EUT possède le profil le plus équilibré.

La teneur en matière grasse de l'huile EUT, estimée à 96,50 ± 0,50 %, est supérieure à celle de l'huile de Béjaïa, estimée à 95,33 ± 0,25 %, et à celle de l'huile EP, estimée à 93,33 ± 0,32 %. Cette différence peut traduire une meilleure accumulation lipidique dans les olives, une plus faible teneur en fractions non lipidiques résiduelles ou une efficacité d'extraction plus favorable. Sur le plan physiologique, l'accumulation des lipides dans l'olive dépend de la disponibilité hydrique, du statut potassique, de l'activité photosynthétique, du stade de maturité et de la remobilisation des assimilats vers la pulpe. Les EUT pu fournir des nutriments résiduels capables de soutenir certains processus métaboliques lorsque leur salinité et leur charge contaminante restent maîtrisées. Néanmoins, cet effet positif ne doit pas être généralisé, car une EUT trop riche en sodium, chlorures, bore ou métaux peut réduire l'absorption hydrique et perturber la biosynthèse lipidique. Dans les conditions étudiées, la teneur élevée en matière grasse suggère donc une compatibilité favorable entre l'EUT utilisée et la physiologie de Chemlal (Manai-Djebali *et al*., 2023 ; Derdah *et al*., 2024 ; Issaad *et al*., 2024 ; Bendi Djelloul *et al*., 2024 ; Benguennouna *et al*., 2025). Les valeurs exactes de matière grasse sont rapportées dans le document.

L’acidité libre et l’indice d’acide offrent une lecture plus nuancée de la qualité hydrolytique. L’huile EP présente les valeurs les plus faibles, ce qui suggère une meilleure fraîcheur hydrolytique initiale, tandis que l’huile EUT conserve un profil acceptable et l’huile Béjaïa présente les valeurs les plus élevées. Cette hiérarchie montre que la source d’eau n’explique pas seule l’hydrolyse des triacylglycérols. L’acidité dépend fortement de l’état sanitaire des olives, du délai récolte–trituration, des blessures mécaniques, de l’activité lipasique, de la fermentation et des conditions de stockage. Il est donc important d’éviter une attribution excessive des variations d’acidité au seul régime hydrique. Le fait que l’huile EUT combine acidité modérée, faible peroxyde et faible oxydation secondaire indique que l’irrigation par EUT n’a pas provoqué de dégradation hydrolytique ou oxydative majeure. Cette lecture est cohérente avec les travaux récents soulignant l’importance des facteurs post-récolte dans la qualité des huiles vierges (Blasi *et al*., 2025 ; Crupi *et al*., 2025 ; Gila *et al*., 2025 ; Daas *et al*., 2025 ; Kyçyk *et al*., 2026). Le document indique que l’huile Béjaïa présente le profil le plus altéré pour plusieurs marqueurs de qualité.

L’indice de peroxyde, associé aux coefficients K232 et K270, renforce l’interprétation d’une meilleure stabilité oxydative de l’huile EUT. Les valeurs de K232 et K270 sont les plus faibles dans cette huile, avec respectivement 1,611 ± 0,080 et 0,059 ± 0,008, alors que l’huile EP présente des valeurs intermédiaires et l’huile Béjaïa les valeurs les plus élevées. K232 reflète principalement les diènes conjugués et les hydroperoxydes issus de l’oxydation primaire, tandis que K270 est davantage associé aux produits secondaires d’oxydation, comme les aldéhydes, cétones et triénes conjugués. La faible valeur de ces deux indices dans l’huile EUT indiqué une limitation simultanée de l’oxydation primaire et secondaire. Cette cohérence avec le faible indice de peroxyde et la faible valeur TBARS suggère une huile mieux protégée contre la propagation radicalaire. Cette stabilité peut être liée à une meilleure interaction entre acide oléique, polyphénols, tocophérols, caroténoïdes et chlorophylles, à condition que l’huile soit conservée à l’abri de la lumière (Costa *et al*., 2025 ; Škevin *et al*., 2025 ; Bortoluzzi *et al*., 2025 ; Laidi *et al*., 2025 ; Tsitsipas *et al*., 2025). Les valeurs K232 et K270 sont rapportées dans le document.

La richesse de l’huile EUT en polyphénols totaux constitue probablement l’un des déterminants majeurs de sa stabilité. Les composés phénoliques de l’huile d’olive, notamment les dérivés de l’oléuropéine, du ligstroside, de l’hydroxytyrosol, du tyrosol, de l’oléacéine et de l’oléocanthal, peuvent neutraliser les radicaux libres, chélater certains métaux et ralentir les réactions d’oxydation lipidique. Une irrigation par EUT peut induire un stress modéré ou modifier la

disponibilité minérale, ce qui peut stimuler le métabolisme secondaire, notamment la voie des phénylpropanoïdes. Toutefois, la méthode de Folin–Ciocalteu mesure une capacité réductrice globale et non exclusivement les phénols spécifiques de l'huile. Les valeurs obtenues doivent donc être interprétées comme un indice comparatif de richesse phénolique plutôt que comme une quantification moléculaire précise. Une caractérisation HPLC-DAD ou LC-MS/MS serait nécessaire pour identifier les composés réellement responsables de la stabilité observée (Siano *et al*., 2022 ; Saoudi *et al*., 2024 ; Zahran *et al*., 2025 ; Sciurba *et al*., 2025 ; Laidi *et al*., 2025 ; Tsitsipas *et al*., 2025). Le document souligne également cette limite méthodologique du Folin–Ciocalteu.

Le profil en acides gras renforce la valeur nutritionnelle et technologique de l'huile EUT. L'acide oléique domine dans les trois huiles, mais sa proportion est plus élevée dans l'huile EUT, avec 62,60 ± 3,13 %, contre 60,26 ± 3,01 % dans l'huile de Béjaïa et 50,37 ± 2,51 % dans l'huile EP. Cette dominance est importante, car l'acide oléique est moins sensible à l'auto-oxydation que les acides gras polyinsaturés, en particulier l'acide linoléique. L'huile EUT associe donc une fraction lipidique élevée, une bonne proportion d'acide oléique et une protection antioxydante importante, ce qui explique sa meilleure stabilité globale. L'huile Béjaïa montre en revanche qu'une teneur relativement élevée en monoinsaturés ne suffit pas à garantir une qualité supérieure si les marqueurs d'oxydation sont élevés et si la protection phénolique est plus faible. Cette observation soutient l'idée que la qualité lipidique doit être évaluée par une approche intégrée combinant matière grasse totale, acides gras majeurs, rapports MUFA/PUFA, polyphénols et marqueurs d'oxydation (Derdah *et al*., 2024 ; Toplu *et al*., 2025 ; Ali *et al*., 2025 ; Bortoluzzi *et al*., 2025 ; Costa *et al*., 2025). Les valeurs d'acide oléique sont rapportées dans le document.

L'ensemble des résultats sur l'huile d'olive suggère donc qu'une irrigation par EUT, lorsqu'elle est correctement maîtrisée, peut être compatible avec une huile Chemlal de haute qualité. Cette conclusion est importante pour l'oléiculture algérienne, car elle montre qu'une ressource hydrique non conventionnelle peut soutenir une filière stratégique sans altérer les principaux marqueurs de qualité chimique, lipidique et oxydative. Cependant, cette conclusion doit rester conditionnelle. Elle dépend du niveau de traitement de l'eau, de sa salinité, de sa charge métallique, de la gestion du sol, de l'irrigation, du stade de maturité des olives et des pratiques post-récolte. Des essais pluriannuels restent nécessaires pour évaluer les effets cumulatifs du sodium, des chlorures, du bore, des métaux traces et des contaminants émergents. Il serait également pertinent d'analyser directement les métaux dans l'huile, même si leur

transfert vers une phase lipidique est généralement plus limité que dans les matrices aqueuses (Al-Karablieh *et al*., 2025 ; Abou Jaoude *et al*., 2025 ; Mohammed *et al*., 2025 ; Akhtar *et al.*, 2025 ; Albdaiwi *et al.*, 2022 ; Perulli *et al*., 2026). Le document conclut également que l'huile EUT apparaît comme l'échantillon le plus équilibré.

Les résultats du jus d'orange montrent une réponse plus complexe que celle observée pour l'huile d'olive. Le pH reste très proche entre les deux traitements, avec 3,73 pour le jus EUT et 3,70 pour le jus issu de l'eau de puits, ce qui indique que l'acidité active n'est pas le principal facteur discriminant. Cependant, cette similarité de pH masque des différences importantes dans la composition bioactive, l'activité antioxydante, la stabilité oxydative et la qualité microbiologique. Cette observation est essentielle, car elle montre qu'un paramètre classique comme le pH ne suffit pas à juger la qualité fonctionnelle d'un jus. Les jus d'agrumes sont des systèmes multicomposants où interagissent acide ascorbique, flavanones, acides phénoliques, caroténoïdes, sucres, acides organiques, enzymes et minéraux. Les variations induites par l'irrigation peuvent donc rester faibles sur le pH mais importantes sur les propriétés antioxydantes et la stabilité du produit (Saini *et al*., 2022 ; Karki *et al*., 2024 ; García-Infante *et al*., 2024 ; Modica *et al*., 2024 ; Dhuique-Mayer & Servent, 2025 ; Garg *et al*., 2026). Le document indique que la heatmap discrimine davantage les traitements par les paramètres biochimiques, antioxydants et microbiologiques que par le pH.

L'augmentation des polyphénols totaux dans le jus EUT est très marquée, avec 275,64 mg EAG/100 mL contre 81,20 mg EAG/100 mL dans le jus issu de l'eau de puits. Cette différence peut traduire une stimulation du métabolisme secondaire sous l'effet d'un stress modéré induit par l'EUT, d'une modification de la disponibilité minérale ou d'une activation des voies de défense végétale. Chez les agrumes, les flavanones comme l'hespéridine, la narirutine et la naringénine contribuent fortement à la fraction phénolique. Toutefois, le dosage des polyphénols totaux par Folin–Ciocalteu n'est pas spécifique ; il peut être influencé par l'acide ascorbique, certains sucres réducteurs et d'autres composés à pouvoir réducteur. Il faut donc éviter de conclure automatiquement que le jus EUT possède une meilleure valeur fonctionnelle uniquement parce que ses polyphénols totaux sont plus élevés. Une analyse ciblée par HPLC-DAD ou LC-MS/MS serait nécessaire pour déterminer si l'augmentation concerne réellement des flavanones bioactives, des acides phénoliques ou d'autres composés réducteurs (Saini *et al*., 2022 ; García-Infante *et al*., 2024 ; Modica *et al*., 2024 ; Xu *et al*., 2025 ; Garg *et al*., 2026). Les valeurs exactes de polyphénols sont rapportées dans le document.

La baisse relative des flavonoïdes, du DPPH, de l'ABTS et du FRAP dans le jus EUT constitué l'un des résultats les plus importants de cette discussion. Le traitement Puits présente des valeurs plus élevées pour les flavonoïdes totaux, avec 7,74 mg EQ/mL contre 4,23 mg EQ/mL sous EUT, ainsi que pour le DPPH, l'ABTS et le FRAP. Cette divergence montre que la bioactivité antioxydante ne dépend pas uniquement de la quantité globale de polyphénols, mais surtout de leur nature chimique, de leur potentiel redox, de leur solubilité et de leurs interactions avec l'acide ascorbique, les caroténoïdes, les sucres et les ions métalliques. Un jus peut donc avoir une teneur élevée en polyphénols totaux mais une activité antioxydante plus faible si les composés majoritaires sont moins actifs ou si la matrice favorise des réactions pro-oxydantes. Cette lecture est cohérente avec les travaux récents montrant que les réponses DPPH, ABTS et FRAP varient fortement selon le génotype, l'environnement, le stade de maturité et le profil moléculaire des flavonoïdes (Karki *et al.*, 2024 ; García-Infante *et al*., 2024 ; Modica *et al*., 2024 ; Liu *et al*., 2024 ; Xu *et al.*, 2025). Le document montre clairement cette opposition entre polyphénols totaux élevés sous EUT et activité antioxydante plus favorable sous eau de puits.

L'activité antiradicalaire DPPH est plus élevée dans le jus issu de l'eau de puits, avec 69 %, contre 59 % pour le jus EUT, soit une diminution relative d'environ 14,5 % sous EUT. Cette différence suggère que le jus Puits possède une meilleure capacité à neutraliser les radicaux libres par transfert d'hydrogène ou d'électron. Cette supériorité est cohérente avec sa teneur plus élevée en flavonoïdes, composés majeurs de l'activité antioxydante des agrumes. Les résultats ABTS et FRAP suivent la même tendance, indiquant que le profil antioxydant du jus Puits est plus robuste selon plusieurs mécanismes réactionnels. Dans une perspective de chimie alimentaire, cette convergence est plus convaincante qu'un seul test, car DPPH, ABTS et FRAP ne mesurent pas exactement les mêmes propriétés. Le DPPH reflète surtout une capacité antiradicalaire en milieu organique ou hydroalcoolique, l'ABTS est plus adapté aux systèmes hydrophiles et lipophiles, tandis que le FRAP renseigne sur le pouvoir réducteur ferrique. La cohérence des trois essais renforce donc l'idée d'une meilleure qualité fonctionnelle du jus Puits (Abadias *et al*., 2024 ; García-Infante *et al*., 2024 ; Modica *et al*., 2024 ; Gomez-Urios *et al*., 2025 ; Xu *et al*., 2025). Les résultats DPPH, ABTS et FRAP sont détaillés dans le document.

L'augmentation des TBARS dans le jus EUT, avec 1,75 mg MDA/kg contre 1,22 mg MDA/kg dans le jus Puits, indique une oxydation secondaire plus marquée. Même si le jus d'orange est pauvre en lipides, les TBARS peuvent refléter la formation de composés carbonylés issus de l'oxydation de fractions lipidiques mineures, de pigments, d'arômes, de

composés phénoliques oxydés ou de réactions impliquant l'acide ascorbique et les métaux traces. Cette valeur plus élevée sous EUT suggère un équilibre rédox moins favorable. Plusieurs hypothèses peuvent être proposées : présence accrue de facteurs pro-oxydants, modification de la composition minérale, charge microbienne plus élevée ou interaction entre composés réducteurs et ions métalliques. Dans les matrices riches en acide ascorbique, certains métaux comme le fer ou le cuivre peuvent catalyser des réactions oxydatives qui diminuent la stabilité du produit. Cette observation est importante pour la conservation, car les TBARS élevés peuvent être associés à une perte de fraîcheur, une altération aromatique et une baisse de qualité sensorielle (Abadias *et al*., 2024 ; Bainotti *et al*., 2025 ; Arza *et al*., 2025 ; Gomez-Urios *et al*., 2025 ; Chu *et al*., 2025). Les valeurs TBARS sont rapportées dans le document.

Les résultats microbiologiques montrent que les deux jus sont globalement satisfaisants sur le plan hygiénique, car les coliformes totaux, les coliformes thermotolérants et *Salmonella* sont absents. Ce résultat est favorable, notamment pour des jus frais ou peu transformés. Cependant, la FMAT est nettement plus élevée dans le jus EUT, avec 35×10^2 UFC/mL contre 2×10^2 UFC/mL dans le jus Puits. Cette différence ne signifie pas nécessairement que le jus EUT est impropre, mais elle indique une charge microbienne totale plus élevée pouvant réduire la stabilité au stockage. Dans les jus acides, les levures et moisissures sont souvent les agents d'altération les plus importants, car elles tolèrent mieux les faibles pH et peuvent provoquer fermentation, production de gaz, turbidité, défauts d'arôme et perte d'acceptabilité. L'irrigation par EUT impose donc une vigilance renforcée sur le lavage des fruits, la qualité de l'eau de rinçage, l'hygiène du pressage, le conditionnement et la chaîne du froid (Neggazi *et al*., 2024 ; Guimarães *et al*., 2025 ; Margalho *et al*., 2025 ; Dippong *et al*., 2025 ; Volf *et al*., 2025). Les valeurs microbiologiques sont rapportées dans le document.

La comparaison globale des deux jus montre que le traitement Puits fournit un profil plus équilibré, tandis que le traitement EUT induit une réponse plus ambivalente. Le jus Puits combine des flavonoïdes plus élevés, une meilleure activité DPPH, ABTS et FRAP, une plus faible valeur TBARS et une FMAT plus basse. Le jus EUT présente une augmentation spectaculaire des polyphénols totaux, mais cette amélioration apparente ne se traduit pas par une meilleure activité antioxydante globale ni par une meilleure stabilité oxydative. La conclusion scientifique la plus robuste est donc que l'EUT modifié le métabolisme du fruit, mais que cette modification n'est pas uniformément favorable. Elle peut stimuler certains marqueurs chimiques globaux tout en fragilisant l'équilibre fonctionnel et microbiologique du jus. Cette réponse dépend probablement de la qualité de l'eau, de la durée d'exposition, de la

composition minérale du sol, du niveau de stress de l'arbre, de la maturité des fruits et des conditions de transformation (Saini *et al*., 2022 ; García-Infante *et al*., 2024 ; Modica *et al*., 2024 ; Xu *et al*., 2025 ; Santamaría Ortega *et al*., 2025 ; Perulli *et al*., 2026). Le document conclut également que le traitement Puits est associé au profil global le plus favorable.

Les résultats démontrent que la phytoremédiation par *A. microphylla* pourrait constituer une étape complémentaire stratégique avant la réutilisation agricole des EUT. En réduisant simultanément la DCO, la DBO_5, les MEST et plusieurs métaux lourds, ce système améliore plusieurs dimensions critiques de la qualité de l'eau. Toutefois, il ne doit pas être considéré comme une solution unique, mais comme une composante d'une stratégie multi-barrière. Une chaîne de traitement plus robuste pourrait intégrer prétraitement, décantation, lagunage, phytoremédiation, filtration et désinfection finale, surtout lorsque les cultures sont destinées à une consommation directe ou à des produits peu transformés comme les jus. Cette approche est essentielle pour contrôler non seulement les polluants classiques, mais aussi les contaminants émergents, les bactéries résistantes aux antibiotiques et les gènes de résistance. Les travaux récents sur les EUT insistent sur cette nécessité d'un contrôle combiné de la qualité chimique, microbiologique et éco toxicologique (Acharya *et al*., 2025 ; Yakamercan *et al*., 2025 ; ; Ho *et al*., 2025 ; Obijianya *et al*., 2025 ; Gomes *et al*., 2026 ; Eniola *et al*., 2026).

D'un point de vue de chimie alimentaire, cette étude montre que la qualité d'un aliment issu d'une irrigation par EUT doit être évaluée par une approche multi-paramétrique. Les polyphénols totaux ne suffisent pas à conclure à une meilleure valeur fonctionnelle, comme le montre le cas du jus EUT, où les polyphénols augmentent fortement alors que DPPH, ABTS, FRAP, TBARS et FMAT indiquent une qualité globale moins favorable que celle du jus Puits. De même, l'huile d'olive ne peut pas être jugée uniquement par sa teneur en matière grasse ou en acide oléique ; il faut intégrer acidité, peroxyde, K232, K270, TBARS, polyphénols, pigments, tocophérols et profil en acides gras. Cette lecture intégrée évite les conclusions simplistes et permet d'expliquer pourquoi une même ressource hydrique peut produire des effets positifs dans une matrice lipidique et plus contrastés dans une matrice aqueuse. Pour renforcer le manuscrit, il serait pertinent d'ajouter une analyse LC-MS/MS des composés phénoliques, un dosage de l'acide ascorbique dans le jus, une quantification des tocophérols dans l'huile, un suivi des métaux dans les matrices finales, une étude de stockage et une digestion in vitro pour estimer la bioaccessibilité réelle des composés bioactifs (Siano *et al*., 2022; Abadias *et al.,* 2024; Gomez-Urios *et al.,* 2025; Bortoluzzi *et al.,* 2025; Zahran *et al*., 2025; Sciurba *et al*., 2025; Garg *et al*., 2026).

La principale force de cette étude réside dans sa capacité à relier traitement de l'eau, qualité de la production végétale et sécurité alimentaire. Elle montre que *A. microphylla* possède un potentiel élevé pour améliorer la qualité des eaux usées domestiques, que l'huile d'olive Chemlal issue d'une irrigation par EUT peut présenter un profil chimique et oxydatif très favorable, et que le jus d'orange répond de manière plus sensible et plus complexe à cette même ressource hydrique. Cette différence entre matrices confirme que la réutilisation agricole des EUT doit être raisonnée selon le type d'aliment produit. Les matrices lipidiques comme l'huile d'olive peuvent être moins exposées au transfert direct de certains contaminants hydrosolubles, tandis que les matrices aqueuses comme les jus nécessitent une vigilance plus forte sur la charge microbienne, l'oxydation et la stabilité au stockage. Cette conclusion rejoint les travaux récents qui recommandent d'intégrer la nature de la matrice alimentaire dans l'évaluation des systèmes agricoles durables (Karki *et al.*, 2024 ; Dhuique-Mayer & Servent, 2025 ; Al-Karablieh *et al.*, 2025 ; Obijianya *et al*., 2025 ; Gomes et al., 2026 ; Perulli *et al.*, 2026).

Les limites de l'étude doivent également être clairement reconnues afin de renforcer sa crédibilité scientifique. Les résultats sont très prometteurs, mais ils restent dépendants des conditions expérimentales, de la qualité des EUT utilisées, de la durée d'exposition, de la saison, du type de sol, du stade de maturité des fruits et des conditions post-récolte. Les effets cumulatifs des EUT sur les sols, en particulier l'accumulation de sels, de sodium, de bore, de métaux traces ou de contaminants émergents, ne peuvent être pleinement évalués qu'à travers des essais pluriannuels. De même, les méthodes spectrophotométriques utilisées pour les polyphénols, flavonoïdes et activités antioxydantes fournissent des indicateurs utiles, mais elles ne remplacent pas une identification moléculaire détaillée. Il serait donc nécessaire d'intégrer des analyses ciblées et non ciblées par chromatographie, des suivis de conservation, des tests de bioaccessibilité et une évaluation des contaminants dans les produits finis. Cette prudence méthodologique est essentielle pour positionner les résultats dans un cadre publiable et éviter toute surinterprétation (Siano *et al.*, 2022 ; García-Infante *et al.*, 2024 ; Modica *et al.*, 2024 ; Zahran *et al.*, 2025 ; Sciurba *et al.*, 2025 ; Garg *et al.*, 2026).

En conclusion, cette étude soutient une vision équilibrée, critique et applicable de la réutilisation des EUT en agriculture semi-aride. *Azolla microphylla* apparaît comme un outil performant pour améliorer la qualité des eaux usées domestiques, en réduisant fortement la charge organique, les matières en suspension et les métaux lourds. L'huile d'olive Chemlal issue de l'irrigation par EUT présente un profil très favorable, marqué par une teneur élevée en matière grasse, une proportion intéressante d'acide oléique, une richesse phénolique

importante, une activité antioxydante élevée et une meilleure stabilité oxydative. Le jus d'orange, en revanche, révèle que l'effet des EUT peut-être plus complexe : les polyphénols totaux augmentent, mais les flavonoïdes, DPPH, ABTS, FRAP, TBARS et FMAT indiquent une qualité fonctionnelle et microbiologique moins favorable que dans le traitement Puits. Ainsi, la réutilisation des EUT peut-être encouragée comme stratégie de durabilité, mais uniquement dans un cadre contrôlé associant traitement complémentaire, surveillance chimique et microbiologique, gestion agronomique rigoureuse et interprétation spécifique à chaque matrice alimentaire. Cette conclusion positionne l'étude dans une perspective forte de sécurité alimentaire, d'économie circulaire et de résilience hydrique méditerranéenne (Benguennouna *et al*., 2025 ; Al-Karablieh *et al.*, 2025 ; Obijianya *et al.*, 2025 ; Yakamercan *et al.*, 2025 ; Kaniewski *et al*., 2025 ; Leal Filho et al., 2025 ; Gomes *et al*., 2026 ; Eniola *et al.*, 2026).

Conclusion générale

Conclusion générale

La présente étude démontre que la réutilisation des eaux usées traitées doit être envisagée comme une stratégie agroalimentaire intégrée, et non comme une simple alternative hydrique. Dans un contexte méditerranéen semi-aride marqué par la rareté de l'eau, l'augmentation des besoins agricoles et la pression croissante sur les ressources conventionnelles, les EUT représentées une option prometteuse pour soutenir la production végétale. Cependant, leur durabilité ne peut être validée uniquement par leur disponibilité ou leur potentiel fertilisant ; elle doit être évaluée à travers une approche globale reliant la qualité de l'eau, le traitement complémentaire, la réponse des cultures, la composition chimique des produits alimentaires et leur sécurité sanitaire. Cette vision est au cœur de notre travail, qui relie la phytoremédiation par *Azolla microphylla*, la qualité de l'huile d'olive Chemlal et celle du jus d'orange dans un même continuum eau–plante–aliment.

Le premier apport majeur de cette étude réside dans la confirmation du fort potentiel de *Azolla microphylla* comme outil biologique d'amélioration des eaux usées domestiques. Les résultats obtenus montrent une diminution très importante de la charge organique, avec un abattement maximal de la DCO atteignant environ 94,9 % et une réduction de la DBO_5 proche de 89 %, ce qui traduit une amélioration profonde de la qualité physicochimique de l'effluent. Cette performance peut être attribuée à l'action combinée de l'assimilation végétale, de la sédimentation des particules, de la biosorption et de la stimulation des communautés microbiennes associées à la biomasse flottante. Ainsi, *A. microphylla* agit comme un système vivant d'épuration, capable de réduire simultanément la charge organique oxydable et biodégradable dans des conditions compatibles avec les régions semi-arides.

L'efficacité de *Azolla microphylla* s'est également manifestée par une réduction rapide et stable des matières en suspension, ainsi que par une diminution notable des métaux lourds. Les abattements observés pour Pb, Cd, Cu, Zn, Fe et Mn, compris globalement entre 76 et 85 %, confirment la forte aptitude de cette fougère aquatique à fixer et accumuler les éléments traces métalliques. Ces résultats renforcent son intérêt comme biomatériau végétal pour le prétraitement ou le traitement complémentaire des eaux destinées à une réutilisation agricole. Toutefois, cette efficacité soulève une exigence essentielle : la biomasse contaminée ne doit pas être valorisée directement en agriculture ou en alimentation animale sans caractérisation préalable, car la capacité d'accumulation qui fait son intérêt épurateur peut aussi devenir une source de transfert secondaire des contaminants.

Sur le plan pratique, les résultats suggèrent que la phytoremédiation par *Azolla microphylla* atteint sa performance optimale autour de 21 à 28 jours de traitement, avant l'apparition possible d'une saturation du système ou d'un relargage partiel lié à la dégradation de la biomasse. Cette observation est importante pour la gestion opérationnelle du procédé, car elle montre que l'efficacité du système ne dépend pas seulement de la présence de la plante, mais aussi du contrôle du temps de séjour, de la densité végétale, de la récolte régulière et du suivi des paramètres de qualité. La phytoremédiation ne doit donc pas être considérée comme un procédé passif, mais comme une technologie écologique pilotée, dont la performance repose sur l'équilibre entre croissance végétale, activité microbienne, charge polluante et renouvellement de la biomasse.

Le deuxième apport majeur concerne l'huile d'olive Chemlal. Les résultats indiquent que l'irrigation par EUT n'a pas altéré la qualité globale de l'huile dans les conditions étudiées. Au contraire, l'huile issue des arbres irrigués par EUT s'est distinguée par une teneur élevée en matière grasse, une proportion favorable d'acide oléique, un bon rapport oléique/linoléique, une richesse en polyphénols, une activité antioxydante importante et des marqueurs d'oxydation faibles. Cette combinaison traduit un équilibre intéressant entre valeur nutritionnelle, potentiel fonctionnel et stabilité oxydative. Elle montre que, lorsque la qualité de l'eau est suffisamment maîtrisée et que les pratiques culturales restent homogènes, les EUT pu être compatibles avec la production d'une huile d'olive de bonne qualité.

Cette réponse favorable de l'huile d'olive peut s'expliquer par la nature hydrophobe et relativement stable de cette matrice alimentaire. L'huile d'olive est dominée par les triacylglycérols, les acides gras monoinsaturés, les tocophérols, les pigments et les composés phénoliques, dont les interactions déterminent la résistance à l'oxydation. Les résultats confirment que la qualité d'une huile ne peut pas être jugée à partir d'un seul paramètre, mais doit être interprétée par une combinaison d'indicateurs : acidité, indice de peroxyde, K232, K270, TBARS, profil en acides gras, polyphénols, flavonoïdes, pigments et activité antioxydante. Dans cette logique intégrée, l'huile EUT apparaît comme l'échantillon le plus équilibré, car elle associe une fraction lipidique abondante, une bonne stabilité oxydative et un profil bioactif favorable.

Le troisième apport concerne le jus d'orange, dont la réponse à l'irrigation par EUT s'est révélée plus contrastée. L'augmentation marquée des polyphénols totaux dans le jus issu du traitement EUT peut être interprétée comme une stimulation du métabolisme secondaire du fruit, probablement liée à des modifications nutritionnelles ou à un stress modéré induit par la

qualité de l'eau. Cependant, cette augmentation ne s'est pas accompagnée d'une amélioration globale de la qualité fonctionnelle du jus. Le traitement par eau de puits a présenté les meilleurs niveaux de flavonoïdes, DPPH, ABTS et FRAP, ainsi que des valeurs plus faibles de TBARS et de flore totale. Ainsi, l'enrichissement en polyphénols totaux ne suffit pas à conclure à une meilleure qualité bioactive lorsque les marqueurs antioxydants, oxydatifs et microbiologiques évoluent dans un sens moins favorable.

Cette différence entre l'huile d'olive et le jus d'orange constitue l'un des résultats les plus importants de notre travail. Elle montre que l'effet des EUT dépend fortement de la matrice alimentaire. Une matrice lipidique comme l'huile d'olive peut conserver un profil favorable sous irrigation par EUT lorsque les conditions sont contrôlées, tandis qu'une matrice aqueuse acide comme le jus d'orange reste plus sensible aux variations du métabolisme hydrosoluble, aux équilibres redox et à la charge microbiologique. Cette observation confirme que la réutilisation des EUT ne peut pas être évaluée uniquement à l'échelle agronomique ; elle doit être interprétée à l'échelle de la chimie alimentaire, en tenant compte de la polarité de la matrice, de la stabilité des composés bioactifs, des réactions d'oxydation et des risques microbiologiques.

Globalement, cette étude soutient une position scientifique équilibrée : les eaux usées traitées peuvent constituer une ressource stratégique pour l'agriculture semi-aride, mais leur utilisation doit rester encadrée, contrôlée et spécifique à chaque culture et à chaque produit alimentaire. Les résultats ne permettent ni de rejeter systématiquement les EUT ni de les recommander sans réserve. Ils montrent plutôt que leur intérêt dépend du niveau de traitement, de la qualité initiale de l'eau, de la maîtrise de la salinité, de la surveillance des métaux lourds, du suivi microbiologique, de la conduite culturale et de la sensibilité de la matrice finale. Cette approche est particulièrement importante pour les produits destinés à la consommation directe ou à forte valeur nutritionnelle, où la qualité fonctionnelle doit toujours être interprétée conjointement avec la stabilité et l'innocuité.

En conclusion, notre travail apporte une contribution originale à la valorisation durable des eaux usées traitées dans les systèmes agroalimentaires méditerranéens. Il montre que *Azolla microphylla* peut améliorer efficacement la qualité des eaux usées, que l'huile d'olive Chemlal peut conserver une qualité lipidique et bioactive très favorable sous irrigation par EUT, et que le jus d'orange exige une vigilance plus poussée en raison de sa sensibilité oxydative et microbiologique. Les perspectives futures devraient intégrer des suivis pluriannuels, l'analyse détaillée des composés phénoliques par chromatographie, l'évaluation des contaminants

émergents, la caractérisation microbiologique des eaux et des produits, les essais de conservation, les tests de bioaccessibilité après digestion simulée et l'analyse du devenir de la biomasse d'Azolla contaminée. Ainsi, la réutilisation des EUT peut évoluer d'une solution de crise hydrique vers une stratégie raisonnée de production alimentaire durable, à condition qu'elle soit fondée sur une maîtrise scientifique complète du lien entre eau, traitement biologique, culture et qualité finale des aliments.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Aalam, T. (2024). Response of macrophytes to pollutants attenuation under short residence time in Indian subtropics constructed wetlands: A pilot-scale study. *Desalination and Water Treatment*, *320*, 100751.

Abadias, M., Bobo, G., Anguera, M., Ortiz-Solà, J., & Aguiló-Aguayo, I. (2024). Fortification of orange and apple juices with ferulic acid: Implications for food safety and quality. Foods, 13(20), 3288.

Abd-El-Hady, A. M., & Abdelaty, E. F. (2022). Soil heavy metals pollution: Indexing approach assessment and spatial distribution (Assanahrah, El-Beheira Governorate, Egypt). *Egyptian Journal of Soil Science, 6*, 19–39.

Abou Jaoude, L., Kamaleddine, F., Bou Said, R., Mohtar, R. H., Dbaibo, R., & Yanni, S. F. (2025). Treated wastewater reuse and its impact on soil properties and potato and corn growth. Science of the Total Environment, 958, 178130. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.178130

Abou Zeid, S., & Leprince-Wang, Y. (2024). Advances in ZnO-based photocatalysts for water treatment: A comprehensive review. *Crystals, 14*(7), 611.

Abu Kassim, N. S., Ghazali, S. A. I. S. M., Bohari, F. L., & Abidin, N. A. Z. (2022). Heavy metals in wastewater. *Materials Today: Proceedings, 66*, 3961–3964.

Acharya, A., Bellaloui, N., Pilipovic, A., Perez, E., Maddox-Mandolini, M., & de la Fuente, H. (2025). Current assessment and future perspectives on phytoremediation of heavy metals. Plants, 14(18), 2847.

Adu, J. T., & Aneke, F. I. (2025). Assessment of heavy metal contamination from e-waste dumpsites and its potential as a source of surface water pollution. *Results in Engineering, 25*, 104431.

AFNOR, 1985. Norme française huîtres creuses. Dénomination et classification. NF V 45056, 5p.

Aguilar-Torrejón, J. A., Balderas-Hernández, P., Roa-Morales, G., Barrera-Díaz, C. E., Rodríguez-Torres, I., & Torres-Blancas, T. (2023). Relationship, importance and development of analysis techniques: COD, BOD and TOC in water—A review. *SN Applied Sciences, 5*(4), 118.

Akhtar, S., Muneeb, A., Khan, Z. I., Saba, I., Ahmad, K., Faisal, M., & Nadeem, M. (2025). Long-term urban wastewater irrigation drives zinc bioaccumulation and health risks in contaminated vegetables. Scientific Reports, 15, 21290.

Akkaya, E., & Can-Güven, E. (2022). Efficient use of liquid digestates in microalgae cultivation for high biomass production and nutrient recovery. *Water Supply, 22*(9), 7085–7095.

Akowanou, A. V. O., Deguenon, H. E. J., Balogoun, K. C., Daouda, M. M. A., & Aina, M. P. (2023). The combined effect of three floating macrophytes in domestic wastewater treatment. *Scientific African, 20*, e01630.

Alayande, A. B., Qi, W., Karthikeyan, R., Popat, S. C., Ladner, D. A., & Amy, G. (2024). Use of reclaimed municipal wastewater in agriculture. Water Research, 265, 122197.

Albdaiwi, R. N., Al-Hawadi, J. S., Al-Rawashdeh, Z. B., Al-Habahbeh, K. A., Ayad, J. Y., & Al-Sayaydeh, R. S. (2022). Effect of treated wastewater irrigation on the accumulation and transfer of heavy metals in lemon trees cultivated in arid environment. Horticulturae, 8(6), 514.

Al-Karablieh, H. A., BiBi, A., Zouari, N., Shomar, B., & Al-Ghouti, M. A. (2025). Lithium ions removal from groundwater using waste-derived date pits modified with manganese oxide and cellulose nanocrystals. *Groundwater for Sustainable Development*, 101544.

Al-Karablieh, N., Al-Elaumi, L., Al-Karablieh, E., Tabieh, M., Al-Jaghbir, M., Jamrah, A., & Di Bubba, M. (2025). The impact of short-term treated wastewater irrigation on olive development and microbial and chemical contamination. Water, 17(4), 463. https://doi.org/10.3390/w17040463

Al-Masri, H. (2025). *Study of factors affecting adoption of PAL-GAP by farmers in protected agriculture in Northern West Bank* (Master's thesis, An-Najah National University).

Ammar, M., Oyewale, B. O., Elseragy, A., Albayati, I. M., & Aliyu, A. M. (2025). A Global Review of Blue and Green Hydrogen Fuel Production Technologies, Trends and Future Outlook to 2050. *Fuels*, *6*(4), 88.

Aryal, M. (2024). Phytoremediation strategies for mitigating environmental toxicants. *Heliyon, 10*(19).

Atoui, A., Tlahig, S., Abdennebi, M., Dbara, M., Laroussi, A., Salem, F. B., & Najari, S. (2026). Impact of treated wastewater-irrigated local alfalfa on forage quality and milk composition of

local goat population in North African Mediterranean drylands. *Euro-Mediterranean Journal for Environmental Integration, 11*, 104.

Auñón-Calles, D., Pinciroli, M., Nicolás, E., Gil-Izquierdo, A., Gabaldón, J. A., Sánchez-Iglesias, M. P., ... & Romero-Trigueros, C. (2025). Agronomic and metabolic responses of *Citrus clementina* to long-term irrigation with saline reclaimed water as abiotic factor. *International Journal of Molecular Sciences, 26*(7), 3450.

Badr, E., Amin, G., Mohamed, M. H., & Sabra, D. E. (2024). Partial replacement of nitrogen fertilizer with algae extracts for enhancing sugar beet productivity. *Egyptian Journal of Agronomy, 46*, 1–12.

Bainotti, M. B., Colás-Medà, P., Pié-Amill, A., Viñas, I., & Alegre, I. (2025). Acid adaptation impacts survival and pathogenicity of Salmonella Enteritidis and Escherichia coli O157:H7 in orange juice. *Beverages, 11*(3), 58.

Bakhtache, A., & Hadiene, A. (2023). Water resources and agricultural irrigation in Algeria: Challenges and perspectives. Open Agriculture Journal. À vérifier : informations bibliographiques complètes.

Baviera-Puig, A., López-Cortés, I., Ortolá, M. D., & Buitrago-Vera, J. (2024). Sensory attributes of orange varieties. *Food Science & Nutrition, 12*(7), 4865–4878.

Bayeh, A., Tibebe, D., Misganaw, S., Kassa, Y., Awoke, T., & Markos, A. (2024). Evaluation and characterization of wastewater generated from University of Gondar, Ethiopia. *South African Journal of Chemical Engineering, 48*(1), 285–291.

Belkacem-Filali, M., Dahmoune, F., Hentabli, M., & Kubiak-Wójcicka, K. (2026). AI-based control of microwave thin-layer drying of sewage sludge. *Water, 18*(7), 808.

Ben Ammar, H., Arena, D., Treccarichi, S., Di Bella, M. C., Marghali, S., Ficcadenti, N., & Branca, F. (2023). Effect of water stress on glucosinolate content in Brassica oleracea. *Agronomy, 13*(2), 579.

Benallal, M. E. A., Abdelbaki, C., Mourad, K. A., Badraoui, A., & Kumar, N. (2024). Water demand assessment and allocation strategies using WEAP: *Case study of Ghrib basin, Algeria. Water, 16(19), 2832*.

Bendi Djelloul, M. C. E., Rovellini, P., Chenoune, R., & Bouzebboudja, M. R. (2024). Effect of geographical and edaphic factors on the quality of some olive oils from different varieties of olives grown in western Algeria. *Rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, *101*(2).

Benguennouna, N., Benabdelmoumene, D., Dahmouni, S., Bengharbi, Z., Qadi, W. S. M., Hamezah, H. S., & Mediani, A. (2025). Eco-phytoremediation using Azolla microphylla enhances heavy metal removal, water quality, and biomass valorization in semi-arid wastewater treatment. Desalination and Water Treatment, 101437. https://doi.org/10.1016/j.dwt.2025.101437

Benguennouna, N., Benabdelmoumene, D., Dahmouni, S., Bengharbi, Z., Bouzouina, M., Qadi, W. S., ... & Mediani, A. (2025). Impact of diverse irrigation water sources on olive oil quality and its physicochemical, fatty acids, antioxidant, and antibacterial properties. Scientific Reports, 15(1), 15049.

Benlemlih, N., Brienza, M., Trotta, V., Hammani, A., Youssoufi, E. E., El Bahja, F., ... & Ibriz, M. (2025). Effect of treated wastewater quality on agronomic performance, yield, and nutritional composition of tomato (*Solanum lycopersicum* L.). *Agronomy, 15*(12), 2824.

Bhat, B. A., Rather, M. A., Bilal, T., Nazir, R., Qadir, R. U., & Mir, R. A. (2025). Plant hyperaccumulators: A state-of-the-art review on mechanism of heavy metal transport and sequestration. Frontiers in Plant Science, 16, 1631378.

Blasi, F., Ceccarini, M. R., Bistarelli, S., Galli, F., Cossignani, L., Bartolini, D., & Ianni, F. (2025). Impact of Extra-Virgin Olive Oil Storage Conditions on Phenolic Content and Wound-Healing Properties. *Foods*, *14*(12), 2104.

Borsacchi, L., Borsacchi, F., Bartolucci, J., Mangiagli, F., Martelli, A., Rapinesi, D., & others. (2026). Feasibility of treated wastewater reuse. *Water, 18*(7), 809.

Boukrouh, S. (2026). The Potential Role of Azolla as an Alternative Protein Source in Sustainable Poultry Farming: A SWOT Analysis.

Brañes-Landeo, V. A., Zárate-Quiñones, R. H., Bonilla-Mancilla, H. D., & Rafaele-De La Cruz, M. (2026). Efficiency of the Macrophyte Azolla filiculoides in Phytoremediation of Wastewater in the Central Region of Peru. *Processes*, *14*(7), 1133.

Brkić Bubola, K., Kolega, Š., Marcelić, Š., Šikić, Z., Gašparović Pinto, A., Zorica, M., ... & Kos, T. (2022). Effect of different watering regimes on olive oil quality and composition of coratina cultivar olives grown on karst soil in Croatia. *Foods*, *11*(12), 1767.

Brochado, R. P. S., et al. (2024). Real-time suspended solids determination. *Water, 17*(1), 44.

Brouwer, P., Schluepmann, H., Nierop, K. G., Elderson, J., Bijl, P. K., van der Meer, I., & van der Werf, A. (2018). Azolla cultivation for sustainable protein production. *Journal of the Science of Food and Agriculture, 98*(12), 4759–4768.

California State Water Resources Control Board. (2024). *Direct potable reuse regulations (SBDDW-23-001)*.

Cameron McLennan, C., Rudi, G., Altchenko, Y., & Ait-Mouheb, N. (2024). EU regulation on wastewater reuse. *Reutilisation de l'eau, 14*(2), 115–135.

Carrillo, V., Pérez, R., González, F., Santander, C., Ruiz, A., Holzapfel, E., & Vidal, G. (2025). Improved phosphorus bioavailability in lettuce using wastewater-derived struvite. *Agronomy, 15*(2), 260.

Carter, L. J., Adams, B., Berman, T., Cohen, N., Cytryn, E., Elder, F. C. T., ... & Chefetz, B. (2025). Co-contaminant risks in water reuse and biosolids application for agriculture. *Environmental Pollution, 375*, 126219.

Chabni, A., Bañares, C., & Torres, C. F. (2024). Study of the oxidative stability via Oxitest and Rancimat of phenolic-rich olive oils obtained by a sequential process of dehydration, expeller and supercritical CO2 extractions. *Frontiers in Nutrition*, *11*, 1494091.

Chabni, A., Bañares, C., Vázquez, L., & Torres, C. F. (2025). Combination of expeller and supercritical CO2 for the extraction of a phenolic-rich olive oil–A preliminary chemical characterization. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, *147*, 755-767.

Chae, S., Lim, S., & Lee, S. (2026). Challenges in wastewater reuse. *Water-Energy Nexus, 9*, 100182.

Chaudhary, K. B., Trivedi, A. P., Macwan, S. J., & Barvaliya, P. P. (2025). Effect of temperature increase on crop growth. *International Journal of Environment and Climate Change, 15*(1), 167–177.

Chiaudani, A., Flamminii, F., Consalvo, A., Bellocci, M., Pizzi, A., Passamonti, C., & Cichelli, A. (2023). Rare Earth Element Variability in Italian Extra Virgin Olive Oils from Abruzzo Region. *Foods*, *13*(1), 141.

Chiutula, C., Mtewa, A. G., Abraham, A., Mvula, R. L. S., Maluwa, A., Eregno, F. E., & Njalam'mano, J. (2025). Heavy metal accumulation in wastewater–soil–vegetable systems. *International Journal of Environmental Research and Public Health, 22*(11), 1614.

Christou, A., et al. (2024). Sustainable wastewater reuse for agriculture. Nature Reviews Earth & Environment, 5, 504–521. https://doi.org/10.1038/s43017-024-00560-y

Codex Alimentarius Commission. (2023). Guidelines for safe water reuse. FAO/WHO.

Cojoc, L., De Castro-Català, N., De Guzmán, I., González, J., Arroita, M., Besolí-Mestres, N., ... & Sabater, S. (2024). Pollutants in urban runoff: Scientific evidence on toxicity and impacts on freshwater ecosystems. *Chemosphere, 369*, 143806.

Cordeiro, G. L., et al. (2025). Algal-bacterial granules formation. *Engenharia Sanitaria e Ambiental, 30*, e20240122.

Costa, J., Rodrigues, N., Peres, A. M., & Pereira, J. A. (2025). Olive oil quality, oxidative stability and phenolic composition under different agronomic and environmental conditions. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Costa, L. J., Bahlis, N. J., Perrot, A., Nooka, A. K., Lu, J., Pawlyn, C., ... & Mateos, M. V. (2026). Teclistamab plus daratumumab in relapsed or refractory multiple myeloma. *New England Journal of Medicine*, *394*(8), 739-752.

Costa, M. D., & Opare, S. (2025). Impact of corporate culture on environmental performance. *Journal of Business Ethics*, *196*(1), 61-92.

Crupi, P., Clodoveo, M. L., Desantis, A., Zupo, R., & Corbo, F. (2025). Effect of Long-Term Storage Temperature on the Quality of Extra-Virgin Olive Oil (Coratina cv.): A Multivariate Discriminant Approach. *Antioxidants*, *14*(11), 1379.

Dairi, S., Dounia, M., Sofiane, B., Yassine, D., & Habib, A. (2021). Prospective scenarios for the management of wastewater resources in Mostaganem region, Algeria. *Desalination and Water Treatment*, *209*, 414-428.

Dairi, S., Mrad, D., Bouamrane, A., Djebbar, Y., & Abida, H. (2019). A review on the reuse of treated wastewater in Algeria: Scenario and sustainability issues. In *Conference of the Arabian Journal of Geosciences* (pp. 485–487). Springer.

D'Almeida, A. (2025). Préparation instantanée pour adultes à base de millet et de baobab.

Das, N., Kumar, V., Chaure, K., & Pandey, P. (2025). Environmental restoration of polyaromatic hydrocarbon-contaminated soil through sustainable rhizoremediation: Insights into bioeconomy and high-throughput systematic analysis. *Environmental Science: Advances, 4*(6), 842–883.

De Santis, R. A. (2024). Supply chain disruption and energy supply shocks: Impact on euro area output and prices.

De Siano, R., & Canale, R. R. (2022). Controversial effects of tourism on economic growth: A spatial analysis on Italian provincial data. *Land Use Policy*, *117*, 106081.

Derdah, Y., Hedjal, M., Martos, N. R., Toudert, K. T., & Sánchez, S. (2024). Quality evolution of extra virgin olive oils of 'Chemlal'cultivar during storage at environment temperature: effect of the altitude and age of olive trees. *Processes*, *12*(7), 1391.

Dhuique-Mayer, C., & Servent, A. (2025). An overview of the nutritional quality and health benefits linked to the world diversity of citrus fruits/juices. Journal of Food Science. https://doi.org/10.1111/1750-3841.17576

Duran-Ros, M., Puig-Bargués, J., Arbat, G., & Ramírez de Cartagena, F. (2024). Filter efficiency in irrigation systems. *Agriculture, 14*(9), 1570. https://doi.org/10.3390/agriculture14091570

El Riachy, M., Moubarak, P., Al Hawi, G., Geha, M., Mushantaf, W., Estephan, N., & Skaff, W. (2023). Fatty acid and phenolic profiles of virgin olive oils from local and European varieties planted in Lebanon. *Plants*, *12*(14), 2681.

Elfferich, I. (2024). *Optimization of water quality monitoring in rivers and reservoirs* (Doctoral dissertation, Cardiff University).

Elmesalamy, S. M., Refaie, A. Z., Elewasy, O. A., Bakry, M. A., & Abd El-Hamied, S. S. (2026). Effect of Azolla plant against *Pseudomonas fluorescens* in *Tilapia nilotica*. *Aquaculture Studies, 26*(3).

Endalew, M., Alemayehu, E., & Asaithambi, P. (2026). Optimization of hybrid sono-Fenton-electrocoagulation process. *International Journal of Chemical Reactor Engineering, 24*(2), 245–258.

Eniola, J. O., & Sizirici, B. (2026). Assessing the sustainability of modified biosand filters using life cycle assessment, cost and performance factors. *Environment, Development and Sustainability*, *28*(4), 8199-8223.

En-Nejmy, K., Hayany, B. E., Al-Alawi, M., Jemo, M., Hafidi, M., & El Fels, L. (2024). Microplastics in soil: Occurrence, sources, fate, analytical techniques and impacts. *Ecotoxicology and Environmental Safety, 288*, 117332.

Essien, A. E., Dickson-Anderson, S., & Guo, Y. (2025). Microplastics and nanoplastics in stormwater systems: Sources, transport, retention and removal. *Environmental Science: Advances*.

European Commission. (2020). *Regulation (EU) 2020/741 on minimum requirements for water reuse*.

European Environment Agency. (2024/2025). *Pesticides in rivers, lakes and groundwater in Europe*.

Fahmi, M. S., et al. (2026). Electrocoagulation–fungal wastewater treatment. *Scientific African*, e03241.

FAO, & WHO. (2023). *Guidelines for the safe use and reuse of water in food production and processing (CXG 100-2023)*.

FAO. (2023). World food and agriculture statistical yearbook. FAO.

FAO. (2025). The state of the world's land and water resources for food and agriculture. Food and Agriculture Organization of the United Nations.

FAO-AQUASTAT. (2025). AQUASTAT water data snapshot 2025. Food and Agriculture Organization of the United Nations.

Feedipedia. (2026). *Azolla*. INRAE, CIRAD, AFZ, & FAO.

Filho, W. L., Eustachio, J. H. P. P., Avila, L. V., Dinis, M. A. P., Hernandez-Diaz, P. M., Batista, K., ... & Abubakar, I. R. (2025). Enhancing the contribution of higher education institutions to sustainable development research: A focus on post-2015 SDGs. *Sustainable Development*, *33*(2), 1745-1757.

Fojkar, B., & Lestan, D. (2025). Integrated removal of toxic metals from sewage sludge. *Journal of Cleaner Production, 495*, 145047.

Gagour, J., Ahmed, M. N., Bouzid, H. A., Oubannin, S., Bijla, L., Ibourki, M., ... & Gharby, S. (2022). Proximate composition, physicochemical, and lipids profiling and elemental profiling of rapeseed (Brassica napus L.) and sunflower (Helianthus annuus L.) grown in Morocco. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, *2022*(1), 3505943.

Gagour, J., El Ghailassi, K., Ibourki, M., Sakar, E. H., & Gharby, S. (2024). Physicochemical traits of olive fruit and oil from eight Moroccan wild olive (Olea europaea L. Subsp. Oleaster) populations. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, *56*, 103021.

Gamal, Y., Soussa, H. K., El-Rakha, E. A., El-Shahat, R. M., & Fathy, S. (2026). Assessment of *Azolla pinnata* for the removal of lead, ammonia, and phosphorus from drainage water: Case study, Kitchener Drain. *Ain Shams Engineering Journal, 17*(1), 103874.

Garcia-Avila, F., Encalada-Alvear, T., Alvarez-Altamirano, L. M., Avilés-Añazco, A., Valdiviezo-Gonzalez, L., & Alfaro-Paredes, E. (2025). Human health risk assessment of aluminum in treated water. *Results in Engineering, 25*, 104200.

Garg, R., Anjum, A., Garg, R., Eddy, N. O., & Watandost, H. (2026). Citrus fruits as sources of bioactive compounds for multifaceted applications. *Discover Food*.

Gerolim, B. N., dos Santos Cruz, J. V., Roman, M. H., Citadin, I., Teixeira, S. D., & Pereira, E. A. (2025). Quality and Market Potential of Olive Oils Produced in Western Santa Catarina: Physical–Chemical, Antioxidant, and Rheological Characterization. *ACS omega*, *10*(31), 34775-34786.

Gewurtz, S. B., Auyeung, A. S., Teslic, S., & Smyth, S. A. (2025). Pharmaceuticals and personal care products in wastewater and biosolids. *Environmental Science and Pollution Research, 32*(9), 5022–5039.

Ghernaout, D., et al. (2024). Electrocoagulation in water treatment. *Open Chemistry, 22*.

Gichuki, C. N., et al. (2025). Aquaculture productivity study. *Aquaculture International, 33*(1), 55.

Gila, A., Aguilera, M. P., Sánchez-Ortíz, A., Jiménez, A., & Beltrán, G. (2025). Stability of the natural emulsions (w/o) present in virgin olive oils just obtained: Effect of the temperature and ultrasounds. *Food Chemistry*, *476*, 143388.

Goala, M., Bachheti, A., & Kumar, V. (2025). Advances in phytoremediation using Azolla species. *3 Biotech, 15*(8), 238.

Gomes, M. P. (2025). Nanophytoremediation: Advancing phytoremediation efficiency through nanotechnology integration. Discover Plants, 2(1), 8.

Gomes, E., Mesquita, T. G., Serra, P., Araújo, D., Almeida, C., Machado, A., ... & Castro, J. (2026). Antimicrobial Resistance in the Food Chain: Bridging Knowledge Gaps for Effective Detection and Control. *Antibiotics*, *15*(3), 262.

Guo, C., Xu, Y., Deng, N., & Huang, X. (2025). Degradation of organophosphorus pesticides and phosphate recovery. *Chemical Engineering Journal*, 169107.

Hafeez, A., Liu, D., & Khalid, A. (2025). MHD flow of radiative hybrid nanofluid across a wedge influenced by melting heat transfer: engineering application. *Alexandria Engineering Journal*, *122*, 18-27.

Hagag, O. Y. A. E., El-Rayes, M. A. H., El-Hawy, A. S., Nabil, Z. I., & El-Shenawy, N. S. (2025). *Azolla pinnata* for livestock: A sustainable protein with economic promise. *Tropical Animal Health and Production, 57*(8), 457.

Hajjar, T., et al. (2025). Wastewater reuse in semi-arid regions. *Science of the Total Environment, 966*, 178579.

Hamidi, M. N. (2025). Greywater reuse for irrigation: Suitability, treatment and risks. *Science of the Total Environment, 975*, 179272.

Hassan, M. N., Reza, A. S., Rasel, M. I. A., Mahim, M. M. A., & Jannat, M. F. T. (2025). Heavy metals pollution and health risks in surface waters. *Environmental Chemistry and Ecotoxicology, 7*, 527–538.

Hassen, W., et al. (2022). Wastewater in Mediterranean Sea. *Sustainability, 14*(5), 2746.

Hayat, F., et al. (2025). Wastewater irrigation review. *Frontiers in Sustainable Food Systems, 9*, 1595066.

Hayat, F., Wasef, A. Z., Khan, U., Asghar, S., Rehman, T., Kandhan, K., & Alyafei, M. (2026). Treated wastewater irrigation.

Heia, J. T., Isah, M. E., Masuda, S., Matsubae, K., Chen, R., Li, Y. Y., & Sano, D. (2025). Quantifying health risks from wastewater reuse. *Science of the Total Environment, 977*, 179363.

Hossain, M. A., Rahman, M. M., & Hasan, M. R. (2025). Floating macrophytes for nutrient removal and wastewater polishing: Mechanisms and applications. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Hussain, F., Ahmed, S., Naqvi, S. M. Z. A., Awais, M., Zhang, Y., Zhang, H., ... & Hu, J. (2025). Agricultural non-point source pollution : Sources and assessment methods. *Agriculture, 15*(5), 531.

Inaudi, P., Sicurella, G. M., Rivoira, L., Favilli, L., Bracco, P., Bertinetti, S., ... & Giacomino, A. (2025). Pollution profiling in Italian honeys: Elements and microplastics as comprehensive indicators of environmental contamination and food safety. *Science of the Total Environment*, *993*, 179981.

International Olive Council, 2025: (https://www.internationaloliveoil.org/)

Ipeleng, K. E., et al. (2025). Detection technologies in food systems. *Foods, 14*(23), 4139.

Islam, M. M., Saxena, N., & Sharma, D. (2024). Phytoremediation as a green and sustainable prospective method for heavy metal contamination: A review. *RSC Sustainability, 2*(5), 1269–1288.

Islam, M. S., Kormoker, T., Islam, A. R. M. T., Antu, U. B., Uddin, M., Kumar, S., ... & Siddique, M. A. B. (2025). Phytoremediation of heavy metals from contaminated sites: A potential review for future perspectives. In *Mining impact on soil and water resources* (pp. 43–76). CRC Press.

ISO 24363:2005. *Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide value.* Genève

ISO 662:2016. Animal and vegetable fats and oils — Determination of moisture and volatile matter content.

ISO. (2020). *ISO 23056: Water reuse in urban areas—Guidelines for decentralized systems*.

Issaad, F. Z., Abdessemed, A., Bouhedjar, K., Bouyahmed, H., Derdour, M., Ouffroukh, K., ... & Akmouche, H. (2024). Classification of Algerian olive oils: Physicochemical properties, polyphenols and fatty acid composition combined with machine learning models. *Journal of Food Composition and Analysis*, *125*, 105812.

Issaad, F. Z., Derdah, B., Bendi Djelloul, C., & collaborators. (2024). Quality parameters, phenolic composition and fatty acid profile of Algerian olive oils. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Jährig, J., Kleyböcker, A., Kraus, F., Melchiorsen, L. R., Milter, H., Thisgaard, P., ... & Miehe, U. (2025). Innovative pre-treatments for reverse osmosis in water reuse. *Water Science & Technology, 91*(6), 698–713.

Jarosiewicz, P., Font-Najera, A., Mankiewicz-Boczek, J., Chamerska, A., Amalfitano, S., Fazi, S., & Jurczak, T. (2024). Hybrid biofiltration system for stormwater treatment. *Chemosphere, 367*, 143696.

Jodar-Abellan, A., et al. (2026). Machine learning for wastewater reuse. *Agricultural Water Management, 308*, 109511.

Journal officiel de la République algérienne démocratique et populaire. (2012). *Arrêté interministériel du 2 janvier 2012 relatif à la réutilisation des eaux usées épurées*.

Kaniewski, D., Marriner, N., Terral, J. F., Besnard, G., Tsitsou, L., Topsakal, J., ... & Cheddadi, R. (2025). Olive production in the 21st century will be threatened by water stress and declining solar activity. *Communications Earth & Environment*, *6*(1), 268.

Karef, S., Azlaoui, M., Boussaid, K., Batana, F. Z., Bruzzoniti, M. C., Fodili, M., & Kettab, A. (2025). Fertilizer potential and perception of wastewater reuse. *Desalination and Water Treatment, 322*, 101186.

Karki, N., Khatri, D., Shrestha, S., & collaborators. (2024). Evaluating citrus juice: A comparative study of physicochemical, nutraceutical, antioxidant, and antimicrobial properties of citrus juices from Nepal. Heliyon, 10, e39091. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e39091

Karki, TB, & D'Mello, L. (2024). La peur de la mort chez les jeunes : perspective de genre dans le contexte népalais. *International Journal of Atharva* ,

Kassim, N. S. A., et al. (2022). Heavy metals in wastewater analysis. *Materials Today: Proceedings, 66*, 3961–3964.

Kato, S., & Kansha, Y. (2024). Industrial wastewater treatment techniques: A review. *Environmental Science and Pollution Research, 31*(39), 51064–51097.

Kaur, N., et al. (2025). Heavy metal contamination in irrigation. *Environmental Science: Processes & Impacts, 27*, 1747–1767.

Kaushal, P., & Pati, A. M. (2025). Unleashing rhizobacteria for sustainable soil remediation: PGPR roles in heavy metal tolerance, detoxification, and plant productivity. *Frontiers in Microbiology, 16*, 1662000.

Khan, A., Farhan, A., Maqbool, F., Maqsood, N., Qayyum, W., & Haider, A. (2024). Arsenic detoxification mechanisms in plants. *Plant Growth Regulation, 104*(1), 95–119.

Khan, M. I., Farooq, Q., Ali, M., Ali, M. H., & Naveed, M. (2025). Microbial culture and nitrogen effects on phytoremediation. *International Journal of Phytoremediation, 27*(7), 991–1003.

Khatoon, K., Warsi, Z. I., Junaid, T., Saema, S., Parween, G., & Rahman, L. U. (2025). Elicitation-based biotechnological interventions to promote hairy root growth and biomass yield. In *Elicitation methods for improvement in plant secondary metabolites* (pp. 85–109). Springer Nature Singapore.

Kıralan, M., Çengel, H., Toptancı, İ., & Ramadan, M. F. (2024). Effect of olive leaf on physicochemical parameters, antioxidant potential and phenolics of Ayvalik olive oils at two maturity stages. *OCL*, *31*, 15.

Köksal, D. D., Ahi, Y., & Todorovic, M. (2025). Agricultural reuse potential using machine learning. *Agronomy, 15*(3), 703.

Kuang, H., Wu, B., Peng, F., Yu, Y., Ma, X., & Shangguan, Y. (2025). Sustainable remediation of heavy metal contaminated soil through phytostabilization with the in-situ immobilization by mercapto-based palygorskite. *Frontiers in Plant Science, 16*, 1659418.

Kumar, A., Dadhwal, M., Mukherjee, G., Srivastava, A., Gupta, S., & Ahuja, V. (2024). Phytoremediation: Sustainable approach for heavy metal pollution. *Scientifica, 2024*(1), 3909400.

Kumar, V., Chaure, K., Pandey, P., & collaborators. (2024). Phytoremediation as a green and sustainable method for environmental restoration. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Kyçyk, O., Vuksani, A., Vuksani, G., Pazari, F., & Thomaj, T. (2026). Influence of Short-Term Olive Fruit Storage Conditions on the Quality of Virgin Olive Oil: A Case Study of Three Cultivars (‘Kalinjot’,‘Leccino’, and ‘Frantoio’) in Albania. *AppliedChem*, *6*(1), 6.

La Rosa, G., Bonadonna, L., Lucentini, L., & Kenmoe, S. (2025). Wastewater surveillance, antimicrobial resistance and public health risks. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Laidi, O., Ghanam, J., ELKARRACH, K., ROKNI, Y., & MERZOUKI, M. (2025). Good pre-harvest and extraction practices enhance the polyphenols content in extra virgin olive oil and maintain its oxidative stability at high temperatures. *Scientific African*, e03094.

Leal Filho, W., Ternova, L., Parasnis, S. A., Kovaleva, M., & Nagy, G. J. (2022). Climate change and zoonoses: a review of concepts, definitions, and bibliometrics. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, *19*(2), 893.

Lee, J. Y., Chia, R. W., Veerasingam, S., Uddin, S., Jeon, W. H., Moon, H. S., ... & Lee, J. (2024). Urban microplastic pollution: Sources and impacts. *Science of the Total Environment, 946*, 174297.

Leogrande, R., Pedrero, F., Nicolas, E., Vitti, C., Lacolla, G., & Stellacci, A. M. (2022). Reclaimed water uses in agriculture: Soil impacts. *Agronomy, 12*(6), 1317.

Lestari, S. U., Roeswitawati, D., Setyobudi, R. H., Soni, P., Syafrani, S., Maftuchah, M., ... & Pakarti, T. A. (2024). Azolla for water and land phytoremediation against heavy metals: A mini review. In *BIO Web of Conferences* (Vol. 104, p. 00042). EDP Sciences.

Li, F., Liu, J., Tian, T., Deng, B., & Xiao, H. (2025). The remediation of arsenic-contaminated soil by *Pteris vittata* L. facilitates the recovery of soil bacterial diversity and network complexity. *Microorganisms, 13*(10), 2316.

Li, Y., Xiao, J., Lei, Y., Qin, D., Cai, W., Chen, X., ... & Sun, Q. (2025). Impacts of reclaimed water irrigation. *Water, 17*(3), 337.

Lin, W., Feng, J., Hu, K., Qu, B., Song, S., He, K., & Hu, Y. (2022). High-strength Anammox process using nitrate. *Bioresource Technology, 344*, 126335.

Liu, H., Ciric, L., & Bhatti, M. (2025). Phytoremediation of organic pollution using leguminous plants and auxiliary additives: Principles and advantages. *Chemical and Biological Technologies in Agriculture, 12*(1), 98.

Lü, H., Tang, G. X., Huang, Y. H., Mo, C. H., Zhao, H. M., Xiang, L., ... & Li, Q. X. (2024). Response and adaptation of rhizosphere microbiome to organic pollutants with enriching pollutant-degraders and genes for bioremediation: A critical review. *Science of The Total Environment, 912*, 169425.

Madjar, R. M., & Scăeţeanu, G. V. (2025). Agricultural sources of heavy metal contamination in water. *Sustainability, 17*(16), 7368.

Mahmud, M. N., Al Kafi, A., Sharmin, S., Muniza, N. T., Tahara, T., Raidah, R., ... & Islam, M. M. (2026). Phytoremediation of contaminated soils: Current trends and future prospects. *Earth Critical Zone*, 100072.

Mahmud, M. N., Al Kafi, A., Sharmin, S., Muniza, N. T., Tahara, T., Raidah, R., ... & Islam, M. M. (2026). Phytoremediation of contaminated soils: Current trends and future prospects. *Earth Critical Zone*, 100072.

Majrashi, M. A., Alasmary, Z., Ezzat, S., Ibrahim, H. M., Harbi, M. A., Abldubise, A., & Alghamdi, A. G. (2025). Effects of treated wastewater irrigation. *Processes, 13*(10), 3110.

Malinauskaite, J., Delpech, B., Montorsi, L., Venturelli, M., Gernjak, W., Abily, M., ... & Jouhara, H. (2024). Réutilisation des eaux usées dans l'UE et les pays d'Europe du Sud : politiques, obstacles et bonnes pratiques. *Sustainability*, *16* (24), 11277.

Manai-Djebali, H., Taamalli, A., Iswaldi, I., Arráez-Román, D., Segura-Carretero, A., Marouani, A., & Ghorbel, A. (2023). Chemometric analysis of Tunisian durum wheat metabolites using UPLC-ESI-QTOF-MS/MS. *Journal of Food Science*, *88*(6), 2439-2462.

Manai-Djebali, H., Trabelsi, N., Medfai, W., Hessini, K., Mohamed, S. N., Madrigal-Martínez, M., ... & Oueslati, I. (2023). Chemical composition of monovarietal extra virgin olive oils obtained from tunisian mills: influence of geographical origin. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, *73*(4).

Mansour-Gueddes, S. B., Bchir, A., Saidana-Naija, D., Mulla, D. J., Hidri, Y., & Braham, M. (2025). Impact of water regimes on the chemical composition, antioxidant activity and quality of olive oil (Olea europaea L.) under semi-arid conditions in Tunisia. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca*, *53*(2), 13466-13466.

Martins, R. C., Oliveira, R. A., & collaborators. (2023). Profile of bioactive compounds in orange juice related to cultivar and processing conditions. Horticulturae, 9(3), 347.

Marx, Í. M., & Priego-Capote, F. (2025). Importance of malaxation conditions to virgin olive oil polar phenolic compounds content. *Food Chemistry*, *480*, 143884.

Matei, E., Râpă, M., Mateș, I. M., Popescu, A. F., Bădiceanu, A., Balint, A. I., & Covaliu-Mierlă, C. I. (2025). Heavy metals in particulate matter—Trends and impacts on environment. *Molecules*, *30*(7), 1455.

McLennan, C., et al. (2024). EU wastewater reuse regulation. *Reutilisation de l'eau, 14*(2), 115–135.

Mehany, T., González-Sáiz, J. M., & Pizarro, C. (2025). Hydroxytyrosol-Infused Extra Virgin Olive Oil: A Key to Minimizing Oxidation, Boosting Antioxidant Potential, and Enhancing Physicochemical Stability During Frying. *Antioxidants*, *14*(3), 368.

Merdy, P., et al. (2024). Metal accumulation in soils. *Environmental Monitoring and Assessment, 196*, 12999.

Mezouane, H., Hank, D., & Delli, R. (2026). Agricultural water management under scarcity in Algeria. *The Open Agriculture Journal, 20*(1).

Milek, S., Aziz, N. N., Benrachou, N., Hacini, N., & El Melki, M. N. (2026). Climate resilience of traditional olive-growing systems: an ethnobotanical and agro-ecological study in Khenchela, Algeria. *Ethnobotany Research and Applications*, *33*, 1-23.

Martín-Sómer, M., Pichel, N., Sanchez, N., & Marugán, J. (2026). Disinfection and energy efficiency of photochemical, electrochemical and membrane technologies for wastewater reclamation. *Journal of Water Process Engineering*, *84*, 109762.

Mizyed, A. (2025). A strategic framework for reusing partially treated wastewater in agriculture: Viability and sustainability prospects. *Agricultural Water Management*, *317*, 109676.

Mohammed, A. S., Kutaila, A. F., Al-Hinai, H. S., Ahmed, A. B., Sharma, D., Patra, B., ... & Meena, R. (2025). Wastewater irrigation and soil quality. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences, 24*(8), 81.

Mohammed, A., Samara, F., Alzaatreh, A., & Knuteson, S. L. (2022). Water quality statistical assessment. *Water, 14*(19), 3121.

Moretti, A., Ivan, H. L., & Skvaril, J. (2024). Wastewater quality monitoring technologies. *Journal of Water Process Engineering, 60*, 105061.

Moretti, M., Vanstokstraeten, R., Crombé, F., Barbé, K., Wybo, I., Allard, S. D., & De Geyter, D. (2024). Pseudomonas aeruginosa outbreak in ICUs. *American Journal of Infection Control, 52*(12), 1425–1431.

Mosquera Chaverra, L., Paredes Cuervo, D., López Gutiérrez, A., Arias, C. A., & Carvalho, P. N. (2024). Phytoremediation of mercury contamination: Bibliometric analysis. *Sustainability, 16*(21), 9408.

Mounira, C. (2025). Wastewater management in Maghnia. *Asian Journal of Water, Environment and Pollution, 22*(3), 164.

Moussaoui, T., et al. (2023). Wastewater quality in Algeria. *Sustainability, 15*(14), 11133.

Murphy, C. M., et al. (2024). Salmonella in water bodies. *Science of the Total Environment, 907*, 167812.

Muscarella, S. M., et al. (2024). Wastewater reuse effects on tomato. *Science of the Total Environment, 928*, 172259.

Muttaleb, M. A., Hossain, M. S., & Islam, M. A. (2024). Azolla spp. for nutrient and heavy metal removal from wastewater: Mechanisms and applications. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Muttaleb, W. H., & Altameme, H. J. (2024). Effectiveness of Azolla in removing Pb and Cd toxicity. *Advancements in Life Sciences, 11*(4), 797–802.

Nadeem, M., Sohail, S. S., Javed, L., Anwer, F., Saudagar, A. K. J., & Muhammad, K. (2024). Vision-enabled large language and deep learning models for image-based emotion recognition. *Cognitive Computation*, *16*(5), 2566-2579.

Nadi, A. R., Mohamed, E., Kasem, A. M., Ghanem, A. E. M. F., & Badry, M. O. (2025). Green solutions for heavy metal pollution. *Environmental Science and Pollution Research*.

Naghipour, D., Moradanjad, A., Taghvi, K., & Moslemzadeh, M. (2024). Heavy metals in kiwifruit and health risks.

Nasr, E., Emeagwali, O. L., Aljuhmani, H. Y., & Al-Geitany, S. (2022). Destination social responsibility and residents' environmentally responsible behavior: Assessing the mediating role of community attachment and involvement. *Sustainability*, *14*(21), 14153.

Navajas-Porras, B., Pérez-Burillo, S., Hinojosa-Nogueira, D., Douros, K., Pastoriza, S., & Rufián-Henares, J. Á. (2022). The intake of antioxidant capacity of children depends on their health status. *Nutrients*, *14*(19), 3965.

Navarro, I., De la Torre, A., Sanz, P., Abrantes, N., Campos, I., Alaoui, A., ... & Martínez, M. Á. (2024). Pesticide residues and risks. *Water Research, 254*, 121419.

Neggazi, I., Colás-Medina, P., Viñas, I., & Alegre, I. (2024). Microbiological quality and safety of fresh and squeezed juices. *International Journal of Food Science and Technology, 59*(7), 4716–4722.

Neyaz, L. A., et al. (2024). Culture media for Salmonella and Shigella detection. *Journal of Umm Al-Qura University for Applied Sciences*, 1–14.

Nyein, M. M., Win, T. T., & collaborators. (2024). Nutrient removal and wastewater polishing using Azolla microphylla: Performance and environmental factors. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Obijianya, C. C., Yakamercan, E., Karimi, M., Veluru, S., Simko, I., Eshkabilov, S., & Simsek, H. (2025). Treated wastewater irrigation: Challenges and opportunities. *Water, 17*(14), 2083.

Obijianya, C. C., Yakamercan, E., Karimi, M., Veluru, S., Simko, I., Eshkabilov, S., & Simsek, H. (2025). Agricultural irrigation using treated wastewater: Challenges and opportunities. *Water*, *17*(14), 2083.

Odone, G., Perulli, G. D., Mancuso, G., Lavrnić, S., & Toscano, A. (2024). Smart fertigation using treated wastewater. *Agricultural Water Management, 297*, 108832.

Ofori, S., Di Leto, Y., Smrčková, Š., Marin, M. A. L., Gallo, G., Růžičková, I., & Wanner, J. (2025). Health risk assessment of wastewater reuse. *Environmental Science: Advances, 4*(2), 252–269.

Ofori, S., et al. (2025). Health risk assessment of treated wastewater reuse. *Environmental Science: Advances, 4*(2), 252–269.

Ofori, S., Di Leto, Y., Smrčková, Š., Marin, M. A. L., Gallo, G., Růžičková, I., & Wanner, J. (2025). Treated wastewater reuse for crop irrigation: a comprehensive health risk assessment. *Environmental Science: Advances*, *4*(2), 252-269.

Ogura, I., et al. (2023). Phenol-sulfuric acid method optimization. *Analytical Biochemistry, 681*, 115329.

Oladimeji, T. E., Oyedemi, M., Emetere, M. E., Agboola, O., Adeoye, J. B., & Odunlami, O. A. (2024). Heavy metals in industrial wastewater. *Heliyon, 10*(23).

ONM. (2024). *Données climatiques nationales de l'Algérie*. Office National de Météorologie.

Pal, S., et al. (2023). Eco-friendly wastewater treatment and soil impact. *Agricultural Water Management, 275*, 108025.

Park, J. K., & Oh, K. (2023). Advances in phytoremediation research. *Sustainability, 15*(18), 13901.

Park, J., Bui, H. T., Lee, E., & Park, B. J. (2025). Evaluating particulate matter and heavy metal accumulation, and air pollution tolerance in roadside woody plants, Cheongju City, South Korea. *Environmental Monitoring and Assessment*, *197*(10), 1133.

Paul, D., Talukdar, D., Kapuganti, R. S., Gupta, V., Narendrakumar, L., Jana, P., ... & Das, B. (2025). Antibiotic contamination in urban sewage. *Nature Communications*.

Pedrero, F., Kalavrouziotis, I., Alarcón, J. J., Koukoulakis, P., & Asano, T. (2010). Use of treated municipal wastewater in irrigated agriculture—Review of some practices in Spain and Greece. *Agricultural Water Management*, *97*(9), 1233-1241.

Peralta, L. R., Forsyth, R., Lapi, N., Amon, K. L., Metsan, P., Wattelez, G., ... & Caillaud, C. (2025). Health literacy of adolescents' responses to a workshop focusing on food, nutrition, climate change and digital technology solutions in Oceania: a multi-site pilot study in Vanuatu. *BMC Public Health*, *25*(1), 648.

Perulli, G. D., Odone, G., Mancuso, G., Franco, L., Giardina, G., Chiozza, P., ... & Toscano, A. (2026). Impact of treated wastewater agricultural reuse on orchards and irrigation systems. *Irrigation Science*, *44*(1), 11.

Pointner, T., Steinlechner, P., & Pignitter, M. (2026). Fatty acids, polyphenols and volatiles as predictive biomarkers of cold-pressed oil stability. *Food Chemistry: X*, *34*, 1036

Prajapati, V., et al. (2024). Electrooxidation of textile wastewater. *Renewable Energy, 237*, 121733.

Punch, R., Azani, R., Ellison, C., Majury, A., Hynds, P. D., Payne, S. J., & Brown, R. S. (2025). Antimicrobial resistance in wastewater. *One Health*, 101139.

Qin, H., Wang, Z., Sha, W., Song, S., Qin, F., & Zhang, W. (2024). Role of plant-growth-promoting rhizobacteria in plant machinery for soil heavy metal detoxification. *Microorganisms*, *12*(4), 700.

R Core Team. (2024). *R: A language and environment for statistical computing*. R Foundation for Statistical Computing.

Rajab, N., Ibrahim, H., Zhang, D., Youssef, A. F., & Hassan, R. Y. (2025). Nitrite analysis advancements. *Nanoscale Advances, 7*(20), 6321–6372.

Rakhmonov, V., Turdalieva, K., Bobokandov, N., Isomov, E., Tashmanov, R., Pulatov, I., ... & Tashpulatov, Y. (2025). Intensive Cultivation of Vascular Aquatic Plants in the Conditions of

the Central Regions of Uzbekistan and Preparation of Feed for Herbivorous Fish. *International Journal of Agriculture and Biosciences*, *14*(6), 1088-1097.

Ramos Romero, S. S., et al. (2026). Heavy metal transport in soils. *Frontiers in Environmental Science, 14*, 1764394.

Reddy, S. H., et al. (2024). Proline as stress indicator under heavy metals. *Journal of King Saud University-Science, 36*(8), 103313.

Reyes, M. S. G., et al. (2025). Salmonella in South America waters. *Microorganisms, 13*(3), 489.

Rezzoug, C., Merzougui, T., & Bouchiba, A. (2025). Wastewater treatment in Algeria. *Discover Sustainability, 6*, 884.

Rezzoug, W., Benaabidate, L., & collaborators. (2025). Water scarcity and non-conventional water resources in Algeria: Challenges for agricultural reuse. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Romanovski, V., et al. (2025). Biological wastewater treatment failures. *Water, 17*(16), 2419.

Romero-Trigueros, C., Mirás-Avalos, J. M., Bayona, J. M., Nortes, P. A., Alarcón, J. J., & Nicolás, E. (2024). Combined irrigation effects on mandarin trees. *Agricultural Water Management, 305*, 109113.

Royal Botanic Gardens, Kew. (2026). *Azolla* Lam. *Plants of the World Online*.

Ryu, H. D., Park, J. H., & Kim, Y. S. (2022). New techniques for BOD dilution rate determination. *Chemosphere, 286*, 131923.

Sabbahi, S., et al. (2025). Wastewater reuse in Tunisia. *Desalination and Water Treatment, 325*, 101624.

Sahoo, R., Samanta, D., Sow, S., Ranjan, S., Nath, D., Sadhu, S., ... & Panday, R. (2025). Nexus between photosynthesis and radiation use efficiency towards achieving sustainability in the era of climate change: An overview. *Discover Environment, 3*(1), 67.

Saini, R. K., Ranjit, A., Sharma, K., Prasad, P., Shang, X., Gowda, K. G. M., & Keum, Y. S. (2022). Bioactive compounds of citrus fruits: A review of composition and health benefits of carotenoids, flavonoids, limonoids, and terpenes. Antioxidants, 11(2), 239. https://doi.org/10.3390/antiox11020239

Salar, S., Jorgić, B. M., Olanescu, M., & Popa, I. D. (2024). Barriers to physical activity participation in children and adolescents with autism spectrum disorder. In *Healthcare* (Vol. 12, No. 23, p. 2420). MDPI.

Saleh, M., El-Sayed, A., & Abdelrahman, H. (2025). Salinity accumulation and soil–plant responses under treated wastewater irrigation in arid agriculture. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Santamaría Ortega, A. et Utrilla Cobos, SA (2025). Conception de nouveaux matériaux avec un faible impact ambiant. *Cuadernos del Centro de Estudios de Diseño y Comunicación* , *28* (260).

Santangelo, G. D. (2018). The impact of FDI in land in agriculture in developing countries on host country food security. *Journal of World Business*, *53*(1), 75-84.

Saoudi, B., Bariz, K., Saci, S., Belounis, Y., Ait Issad, H., Abbaci, M., ... & Houali, K. (2024). Enhancing antibiotic efficacy and combating biofilm formation: evaluating the synergistic potential of Origanum vulgare essential oil against multidrug-resistant Gram-negative bacteria. *Microorganisms*, *12*(8), 1651.

Sarkar, A., & Roy, S. (2024). Metabolomic variation in Azolla under BPA stress. *Aquatic Toxicology, 266*, 106792.

Sayanthan, S., Hasan, H. A., & Abdullah, S. R. S. (2024). Floating aquatic macrophytes in wastewater treatment: Toward a circular economy. *Water, 16*(6), 870.

Sciurba, F. C., Criner, G. J., Christenson, S. A., Martinez, F. J., Papi, A., Roche, N., ... & Pavord, I. D. (2025). Mepolizumab to prevent exacerbations of COPD with an eosinophilic phenotype. *New England Journal of Medicine*, *392*(17), 1710-1720.

Shahadha, S. S., Al-Zubade, A., & Youssef, M. A. (2025). Soil amendments and wheat productivity. *Baghdad Science Journal, 22*(4), 1221–1233.

Shanmugam, V., Subbaiyan, B., Shakshi, P., Begum, B., Selvam, R., Gnanendra, T. S., & Balasubramanian, R. (2025). Vermicomposting for textile waste management. *Journal of Material Cycles and Waste Management, 27*(5), 3055–3075.

Shimadzu, S., Yonekura, T., Furuya, T., Kojima, M., Ishizaki, K., Asahina, M., ... & Kondo, Y. (2025). A cytokinin response maximum induces and activates bifacial stem cells for radial growth. *Nature Plants*, *11*(8), 1558-1571.

Singh, S., Pant, A., Dutta, K., Rani, R., Vithanage, M., & Daverey, A. (2024). Phytoremediation of pharmaceuticals and personal care products using the constructed wetland. *Environmental Chemistry and Ecotoxicology, 6*, 104–116.

Soliman, E. R., Moustafa, K., Khamis, M., & Shedeed, Z. A. (2025). Chromium phytoremediation using Azolla pinnata. *BMC Plant Biology, 25*, 160.

Somadas, P., & Sarvade, P. G. (2025). An overview of the impacts of various industrial and urban wastes on soil properties: Contamination and remediation strategies. *Environmental Research Communications, 7*(3), 032002.

Sood, V., Mittal, K., Kaur, B., Uddin, N., & Sarwan, J. (2026). Sustainable phosphorus recovery. In *Smart strategies for phosphorus management* (pp. 145–156).

Tamma, A. A., Lejcuś, K., Fiałkiewicz, W., & Marczak, D. (2025). Advancing phytoremediation: A review of soil amendments for heavy metal contamination management. *Sustainability, 17*(13), 5688.

Thepsilvisut, O., Srikan, N., Chutimanukul, P., Marubodee, R., & Ehara, H. (2024). Developing guidelines for *Azolla microphylla* production as compost for sustainable agriculture. *Resources, 13*(11), 158.

Tian, Y., Shen, J., Feng, J., Wang, T., Jiao, Y., & Wang, X. (2025). Agricultural pollution in watersheds. *Ecological Indicators, 178*, 113981.

Toplu, C., Tunç, Y., Khadivi, A., & Mishra, D. S. (2025). Integrative chemometrics, multivariate, and artificial neural network-based modeling of fruit quality, fatty acid composition, and biochemical traits in olive (Olea europaea L.) cultivars. *LWT*, 118750.

Trajkovska, B., Nakov, G., Prabhat, S. T., & Badgujar, P. C. (2024). Effect of blueberry pomace addition on quality attributes of buttermilk-based fermented drinks during cold storage. *Foods*, *13*(11), 1770.

Trotta, V., Brienza, M., & Christou, A. (2024). Risks associated with wastewater reuse in agriculture: Investigating the effects of contaminants in soil, plants and insects. Frontiers in Environmental Science, 12, 1358842. https://doi.org/10.3389/fenvs.2024.1358842

Trotta, V., et al. (2024). Risks of wastewater reuse in agriculture. *Frontiers in Environmental Science, 12*, 1358842.

Tsitsipas, C., Gerasopoulos, A., Nenadis, N., & Gerasopoulos, D. (2025). Assessment of the Functional Quality of Extra Virgin Olive Oil: Green Extraction of Phenolic Compounds Using Ethyl Lactate. *Foods*, *14*(22), 3822.

Tsolakou, A., Ioannidis, K., Sofia, L., Diamantakos, P., Kostelenos, G., Melliou, E., & Magiatis, P. (2025). Genetic and chemical analysis of olive oil produced by Greek olive cultivars: Linking genetic profiles with fatty acid composition and phenolic stability. *Food Chemistry: Molecular Sciences*, 100292.

Tziourrou, P., & Golia, E. E. (2025). Phytoremediation of co-contaminated environments: A review of microplastic and heavy metal/organic pollutant interactions and plant-based removal approaches. *Soil Systems, 9*(4), 137.

Ukoha-Onuoha, E., & Horsfall, I. T. (2026). Evolution of wastewater reuse. *Next Sustainability, 7*, 100253.

UNESCO. (2024). *United Nations world water development report 2024*.

UNESCO/UN-Water. (2024). United Nations World Water Development Report 2024: Water for prosperity and peace. UNESCO.

UN-Water. (2024). Summary progress update 2024: SDG 6 — Water and sanitation for all. United Nations.

Vendrell Calatayud, M., Li, X., Brizzolara, S., Tonutti, P., & Wang, S. C. (2024). Storage effect on olive oil phenols: Cultivar-specific responses. *Frontiers in Nutrition*, *11*, 1382551.

Vesković, J., Lučić, M., Miletić, A., Vesković, M., & Onjia, A. (2026). Machine learning models for Langelier index prediction. *Sustainable Chemistry, 7*(1), 7.

Vinnerås, B. (2025). Domestic wastewater management. *Frontiers in Environmental Science, 13*, 1719089.

Volf, J., et al. (2025). Microbiological safety of irrigation water. *Journal of Water Reuse and Desalination, 15*(2), 300–315.

Vymazal, J., Láska, J., & Hnátková, T. (2023). Nitrogen and phosphorus retention in wetlands. *Ecological Engineering, 194*, 107044.

Vyrides, I., & Stuckey, D. C. (2009). COD determination in high salinity samples. *Bioresource Technology, 100*(2), 979–982.

Wang, Y. J., Pan, J., Fu, Q., Wang, N., Li, M., & Huang, G. Q. (2026). Farmer behavior in wastewater irrigation. *Agricultural Water Management, 326*, 110230.

Webster, K. L., Strack, M., Balliston, N., Davies, M. A., Hettinga, E. K., Hunter, M., & Yin, X. (2025). Peatlands data and policy needs. *Facets, 10*, 1–19.

Wei, Y., Yang, X., Jia, Y., Han, H., & Tang, C. (2025). Study of atmospheric CH4, CO2 and N2O at Waliguan WMO/GAW global station: Time series trend, seasonal variation, and attribution analysis association with meteorological factors. *Atmospheric Environment*, *343*, 120994.

WHO. (2019). *Safety and quality of water used in food production: Meeting report*. World Health Organization.

Wiggenhauser, M., et al. (2024). Trace metal accumulation in soils and plants. *Environmental Monitoring and Assessment, 196*, 12999.

World Bank. (2025). *Scaling water reuse: A tipping point for municipal and industrial use*.

Xing, Y., Zhang, X., & Wang, X. (2024). Enhancing soil health and crop yields through water-fertilizer coupling technology. *Frontiers in Sustainable Food Systems, 8*, 1494819.

Xu, G., Liu, D., Chen, J., Ye, X., Ma, Y., & Shi, J. (2025). Citrus flavonoids and health-promoting properties: Recent advances and perspectives. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Xu, Y., et al. (2025). Citrus flavonoids and health benefits. *Frontiers in Pharmacology, 16*, 1552171.

Yadav, K., Kumar, D., Gupta, A. K., Gupta, B., Tyagi, P., Sharma, A., ... & Chaitanya, A. K. (2025). Heavy metals contamination and their phytoremediation in soil and water for sustainable environmental restoration. *Discover Environment, 3*(1), 201.

Yakamercan, E., et al. (2025). Contaminants in reclaimed wastewater. *Water Conservation Science and Engineering, 10*(3), 112.

Yan, F., Hermansen, C., & Norgaard, T. (2025). Microplastics effects on soil microbial diversity. *Agriculture, Ecosystems & Environment, 390*, 109720.

Yang, F., & Lv, G. (2025). Plant responses to prolonged drought stress. *International Journal of Molecular Sciences, 26*(9), 4403.Yang, W., Wang, F., Que, Q., Fang, C., Ao, F., Xu, Z., & Chu, W. (2025). Stormwater vs treated wastewater micropollutants. *Water Research, 268*, 122712.

Yang, Y., Yang, Y., Deng, S., & Ying, Z. (2025). Role of Azolla in sustainable agriculture and climate resilience: A comprehensive review. Frontiers in Plant Science, 16, 1661720.

Yazidi, R., et al. (2024). Osmotic dehydration of orange fruits. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences, 74*(4), 340–349.

Yuan, H., Yang, W., Ali, S., Behan, A. A., Chen, L., Li, W., ... & Li, Z. (2025). From ponds to pastures: *Azolla* as a functional and climate-smart feed resource for poultry and livestock. *Poultry Science*, 106168.

Zahran, A. M., & Rolando, B. (2025). UNDERSTANDING THE INFLUENCE OF ONLINE REVIEWS ON BRAND REPUTATION IN THE DIGITAL AGE. *International Journal of Economics And Business Studies*, *2*(1), 72-94.

Zahran, H. A., Tawfeuk, H. Z., & Abd El-Mageed, M. H. (2025). Phenolic compounds, antioxidant activity and oxidative stability of olive oil under different agronomic conditions. À vérifier : titre exact, revue et DOI.

Zamora-Castro, S. A., Moreno-Seceña, J. C., Alonso, M. E. G., Joaquin, S. L., Irma, Z. C., & Marín-Muñiz, J. L. (2025). Maximizing value in constructed wetlands: A review of ornamental plants for wastewater treatment and artisanal applications. *Earth, 6*(4), 126.

Zeid, I., Ghaly, E. K., & Shedeed, Z. A. (2024). Azolla pinnata as a phytoremediator: Improves germination, growth and yield of maize irrigated with Ni-polluted water. Scientific Reports, 14, 22284.

Zheng, Z., Shi, B., McCarthy, D., Deletic, A., Le-Clech, P., Khan, S., ... & Zhang, K. (2025). Organic micropollutant removal in stormwater. *Environmental Science: Water Research & Technology, 11*(10), 2274–2294.