HAL open science

Séparation des composés phénoliques de la margine

Noureddine Elboughdiri, Bassem Jamoussi, Ahmed Hannachi, Mehrez Romdhane, Abdelmenef Abderraba

To cite this version:

Noureddine Elboughdiri, Bassem Jamoussi, Ahmed Hannachi, Mehrez Romdhane, Abdelmenef Abderraba. Séparation des composés phénoliques de la margine. Environnement, Ingénierie & Développement, 2007, N°47 - Juillet-Août-Septembre 2007, pp.17-23. 10.4267/dechets-sciences-techniques.1637 . hal-03174840

HAL Id: hal-03174840

https://hal.science/hal-03174840v1

Submitted on 19 Mar 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

Séparation des composés phénoliques de la margine

ELBOUGHDIRI Noureddine[1], JAMOUSSI Bassem [2], HANNACHI Ahmed [3], ROMDHANE Mehrez [3], ABDERRABA Abdelmenef [4],

1. Laboratoire central d'analyses et d'essais, Tunis
2. Institut supérieur de l'éducation et de formation continue, Tunis
3. Ecole nationale d'ingénieurs de Gabès, Gabès
4. Institut préparatoire aux études scientifiques et techniques, Tunis

Pour tout contact : ghilaninouri@yahoo.fr

Résumé

Les techniques de traitement de la margine pratiquées par les pays producteurs d'huile d'olives (Tunisie, Maroc, Italie…) telles que le traitement par lagunage, le traitement par électrocoagulation et le traitement électrochimique, sont orientées vers la dégradation des composés phénoliques pour réduire leur DCO (demande chimique en oxygène) et leur DBO5 (demande biologique en oxygène).
Notre travail constitue un nouvel axe de recherche puisqu'il rentre dans le cadre de la mise au point d'un procédé de récupération de produits valorisables présents dans la margine. Il vise à identifier les composés phénoliques à hautes valeurs commerciales après séparation par trois techniques (extraction, distillation fractionnée et entraînement à la vapeur d'eau), suivies des analyses par chromatographie couplée à la spectrométrie de masse. Ces analyses ont permis de déterminer la teneur de ces composés dans deux qualités de margine de nature et de provenance différentes.

Mots clés :
huile d'olive, margine, polyphénols, extraction sélective

Introduction

Les industries de production des huiles d'olive génèrent un certain nombre de résidus, liquides (margine) ou solides (grignons, feuilles et bois). Les effets nocifs des effluents sont dus en grande partie à leur contenu en polyphénols [1, 2]. Les phénols peuvent en effet inhiber l'activité microbienne du sol. D'autres composés, tels que les acides, les éléments minéraux et les substances organiques sont à l'origine de la destruction de la capacité d'échange cationique du sol et constituent aussi une source de pollution des eaux souterraines et superficielles [3].
Les procédés utilisés pour le traitement de la margine sont orientés vers la dégradation des composés phénoliques. Notre étude diffère des anciens travaux. Elle vise à la recherche d'un procédé de valorisation de ces sous-produits, puisqu'ils peuvent être utilisés dans les domaines agroalimentaire et pharmaceutique [4].

Techniques d'analyses des composés phénoliques

L'analyse quantitative des composés phénoliques a été effectuée par une mesure indirecte à l'aide d'un standard interne, l'anthracène. Nous avons défini pour chaque composé un facteur de réponse (Fx) qui lie la masse et la surface chromatographique de l'anthracène et du composé phénolique étudié [5].

$$F_x = \frac{m_x \times A_s}{m_s \times A_x}$$

F_x : *facteur de réponse du composé x,*
m_x, m_s : *masses du phénol cible et d'anthracène,*
A_x, A_s : *surface du composé cible et de l'anthracène sur le chromatogramme.*

Le facteur de réponse permet de calculer le pourcentage de phénols contenus dans un échantillon [6, 7] :

$$p_x(\%) = F_x \times \frac{Q_s \times A_x \times M_x \times 100}{(Q_0 + Q_s) \times A_s \times \overline{M}_x}$$

Si l'on fixe pour les masses de l'échantillon et de l'anthracène des valeurs respectivement égales à 500 mg et 2 mg, le pourcentage de chacun des composés phénoliques dans l'échantillon (px) est donné par la relation [7, 8] :

$$p_x(\%) = F_x \times \frac{Q_s \times A_x \times M_x \times 100}{(Q_0 + Q_s) \times A_s \times \overline{M}_x}$$

Q_s : *quantité du standard (antharacène)*
Q_0 : *quantité de l'échantillon*
$M_x, \overline{M}_x$: *masses molaires respectives du composé phénolique avant et aprés dérivation*

Les facteurs de réponse sont obtenus à partir de la littérature. Ils varient entre 0,88 pour le 2,4,6 triméthylphénol et 1,90 pour le syringaldéhyde, comme indiqué dans le tableau 1. Le facteur de réponse d'un composé qui n'est pas répertorié sera pris égal à celui ayant une structure qui lui est proche. Les conditions employées pour les analyses sont les suivantes : chromatographe Perkin Elmer Autosystem GC ; type de détecteur : spectre de masse Perkin Elmer Turbomass ; type d'injecteur : avec diviseur (SPLIT) ; température d'injecteur : 250 °C ; température du détecteur : 270 °C.

Phénol	F_x
Phénol	1,18
o-crésol	1,08
p- crésol	1,08
2,4-xylénol	1,08
Gaiacol	1,14
2,4,6-triméthylphénol	0,88
4-méthylgaiacol	1,14
Cathécol	1,10
Résorcinol	1,24
3-méthylcathécol	1,04
Syringol	1,10
4-méthylcathécol	1,05
Eugénol	1,19
Méthoxycatécol	1,16
Isoeugénol	1,49
2,3-diméthylhydroquinone	1,12
1,2,4-trihydroxybenzène	1,14
Allylsyringol	1,37
Syringaldehyde	1,90
Pyrogallol	1,31

Tableau 1 : Facteurs de réponse de quelques composés phénoliques [7]

Expériences et résultats

Il est difficile de proposer une méthode générale de séparation des produits phénoliques contenus dans la margine à cause de la diversité des propriétés physico-chimiques comme la teneur en eau, l'acidité, la composition et la viscosité qui varient non seulement avec le temps, mais aussi avec la température, le lieu et la période de culture [5, 9]. C'est dans ce cadre que se situe notre étude. Ainsi, nous avons mis en œuvre différentes techniques séparatives : extraction liquide-liquide, distillation fractionnée, distillation par entraînement à la vapeur. Pour ce faire, deux échantillons de margines de nature différentes ont été soumis à ces techniques : le premier échantillon est issu d'une huilerie traditionnelle de la région de Sousse et a été stocké depuis trois mois dans un bassin exposé à l'air libre, et le deuxième échantillon est issu d'une huilerie moderne de la région de Sfax, prélevé juste après l'extraction de l'huile.

Extraction liquide-liquide

Cette technique a été utilisée pour obtenir des fractions riches en acides et en phénols à partir des huiles essentielles. Les conditions opératoires d'extraction telles que le pH et la nature du solvant organique sont fixées en fonction des phénols désirés [6, 10]. Dans notre étude, une masse m0 égale à 100 g de chacun des deux échantillons est filtrée sous vide, acidifiée jusqu'à pH < 2 par l'acide sulfurique puis extraite avec 100 ml d'acétate d'éthyle.
Les composés phénoliques sont rendus plus volatils au cours de l'analyse chromatographique par addition de 0,5 ml d'anhydride acétique et 3 gouttes de pyridine dans la phase organique récupérée. Le mélange obtenu est chauffé dans un bain thermostaté à une température égale à 60 °C pendant 90 mn, puis refroidi à température ambiante.

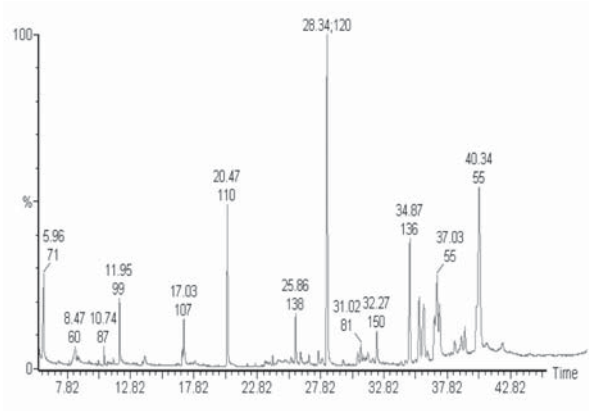

Figure 1. a : Analyse chromatographique du brut (Sousse)

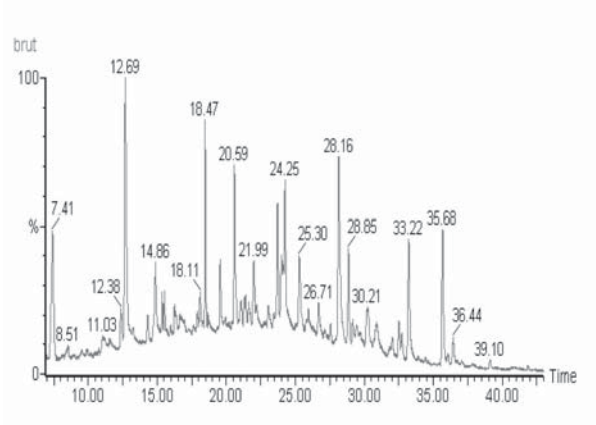

Figure 1.b : Analyse chromatographique du brut (Sfax)

L'analyse chromatographique de brut de deux échantillons (Figures 1.a et 1.b) montre une variation importante entre les deux extraits et met en évidence le caractère évolutif de cet effluent. Par exemple, des chaînes constituées de plusieurs noyaux benzéniques ont été identifiées dans les

margines analysées juste après la récolte, alors qu'ils sont absents sur l'extrait obtenu à partir de la margine « fraîche ».

Les composés identifiés dans les deux extraits sont les suivants :
Extrait 1 (Figure 1a) : 3,5- diméthylphénol, 1,4-dihydroxy-2,5-diméthylbenzène, 4-hydroxyphenyléthanol, acide 4-hydroxybenzoique, 1-hydroxy-2-méthoxy-4-benxylalcool, 4-hydroxy-3-méthoxyphenthylalcool, 4-hydroxyphénylpropanoique, 3,4-dihydroxyphenthylalcool, acide 4-hydroxycinnamique (acide para-coumarique), acide 3,4-dihydroxybenzoique, 4-hydroxy-3-methoxyphenetylglycol (vaniléthane diol).

Extrait 2 (Figure 1b) : 3,5- diméthylphénol, 1,2-benzènediol, 3-méthylcathécol, acide benzène propanoique, 1,4-dihydroxy-2,5-diméthylbenzène, 3-hydroxyphényléthanol, 4-hydroxyphényléthanol, acide 3-hydroxybenzène acétique, acide 4-hydroxybenzoique, acide 4-hydroxyphényl acétique, acide 4-hydroxyphénylpropanoique, 3,4-dihydroxyphénéthylalcool, acide 4-hydroxycinnamique, acide 3,4-dihydroxybenzoique, acide 3,4-dihydroxyphényl acétique, 3,4-dihydroxyphénylglycool, acide 4-hydroxy-3-methoxycanammique, acide 3,4-dihydroxycinnamique.

Distillation fractionnée

Ce procédé est utilisé pour permettre l'obtention des fractions riches en cathécol, tyrosol et hydroxytyrosol [7, 11]. Pour ce faire, une masse m0 égale à 100 g a été filtrée sous vide, le filtrat obtenu est acidifié jusqu'à pH < 2 par ajout d'acide sulfurique, puis soumis à une distillation à la pression atmosphérique. Le distillat est traité avec 50 ml d'acétate d'éthyle, la phase organique est chauffée dans un bain thermostaté pendant 90 minutes après ajout de 0,5 ml d'anhydride acétique et quelques gouttes de pyridine, puis analysée par GC-MS pour l'identification de différents composés phénoliques.

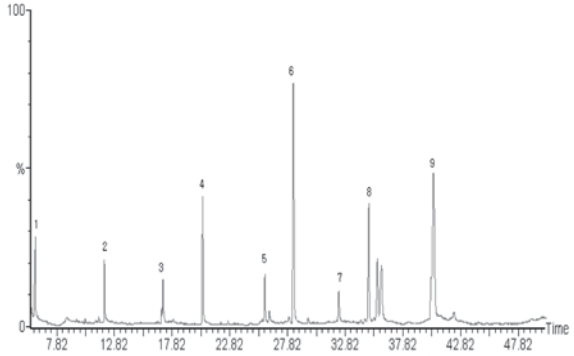

Figure 2 : Analyse chromatographique du distillat (margine de Sousse)

Les pics qui apparaissent sur le chromatogramme (Figure 2) sont les suivants : phénol (1), 2-méthylphénol (2), 3-méthylphénol (3), 2,6-diméthylphénol (4), syringol (5), vanilline (6), tyrosol (7), hydroxytyrosol (8), acide coumarique (9). La masse de chaque composé est donnée dans le tableau 2.

Composés	$m_x(g)$
Phénol	0,03
2-méthylphénol	0,02
3-méthylphénol	0,02
2, 6-diméthylphénol	0,08
Syringol	0,02
Vanilline	0,27
Tyrosol	0,01
Hydroxytyrosol	0,03
Acide coumarique	0,12

Tableau 2 : Analyse quantitative du distillat (margine de Sousse)

Le distillat de la margine de Sousse est soumis à une seconde distillation fractionnée à pression atmosphérique pour deux niveaux de température d'ébullition différents (105 °C pour la première fraction et 115 °C pour la deuxième fraction). Les analyses chromatographiques sont présentées sur les Figures 3.a et 3.b et les quantités des composés phénoliques sont données dans les Tableaux 3.a et 3.b.

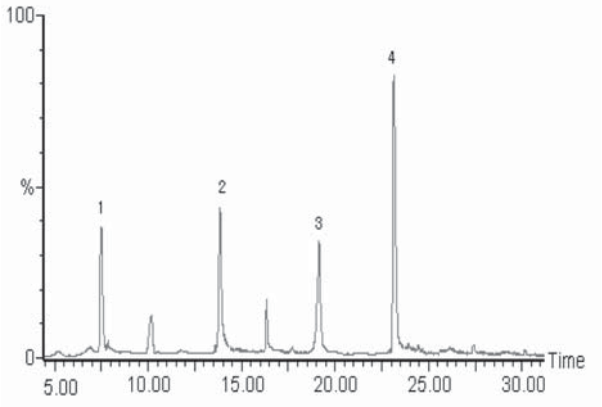

Figure 3.a : Analyse chromatographique de la première fraction (margine de Sousse)

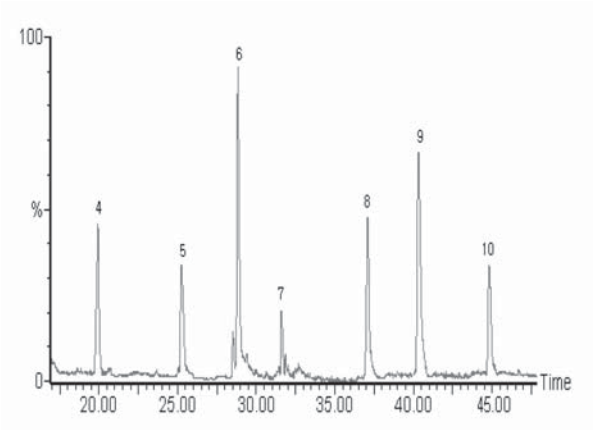

Figure 3.b : Analyse chromatographique de la deuxième fraction (margine de Sousse)

Composés	$m_x(g)$
Phénol	0,03
2-méthylphénol	0,03
3-méthylphénol	0,02
2, 6-diméthylphénol	0,04

Tableau 3.a : Analyse quantitative de la première fraction (distillat de la margine de Sousse)

Composés	$m_x(g)$
2, 6-diméthylphénol	0,01
Syringol	0,01
Vanilline	0,13
Tyrosol	0,01
Hydroxytyrosol	0,03
Acide coumarique	0,10
4-allylsyringol	0,01

Tableau 3.b : Analyse quantitative de la deuxième fraction (distillat de la margine de Sousse)

Dans la deuxième fraction, le dernier pic correspond au 4-allylsyringol. Ce composé existe dans la margine en faible pourcentage. Son hydrolyse peut donner le phénol et le méthylphénol.
La même procédure a été appliquée à la margine de Sfax pour évaluer le taux de récupération des composés phénoliques. Les résultats des analyses sont indiqués sur la Figure 4.

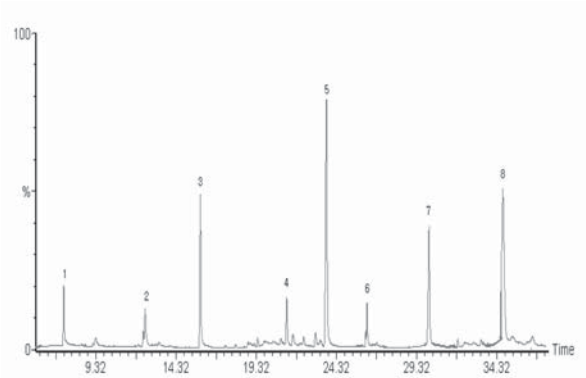

Figure 4 : Analyse chromatographique du distillat (margine de Sfax)

Les pics qui apparaissent sur le chromatogramme (Figure 4) correspondent aux composés suivants : phénol (1), 2-méthylphénol (2), 3-méthylphénol (3), gaicol (4), cathécol (5), syringol (6), tyrosol (7), 2,3,4-triméthylphénol (8). La masse de chaque composé est donnée dans le tableau 4.

Composés	$m_x(g)$
Phénol	0,06
2-méthylphénol	0,05
3-méthylphénol	0,08
Gaicol	0,06
Cathécol	0,13
Syringol	0,06
Tyrosol	0,05
2,3,4-triméthylphénol	0,13

Tableau 4 : Analyse quantitative de distillat (margine de Sfax)

Le distillat de la margine de Sfax est soumis à une seconde distillation fractionnée. Les analyses chromatographiques sont présentées sur les Figures 5.a et 5.b et les quantités des composés phénoliques sont données dans les Tableaux 5.a et 5.b.

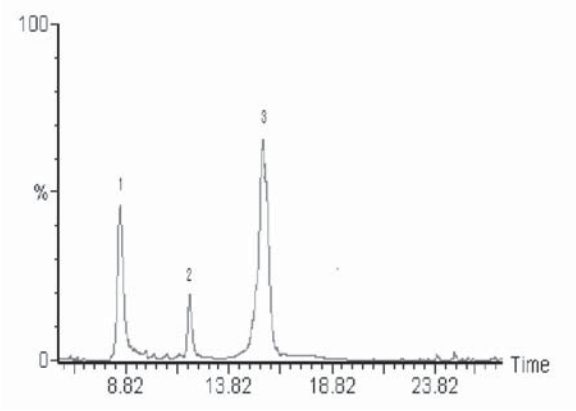

Figure 5.a : Analyse chromatographique de la première fraction (margine de Sfax)

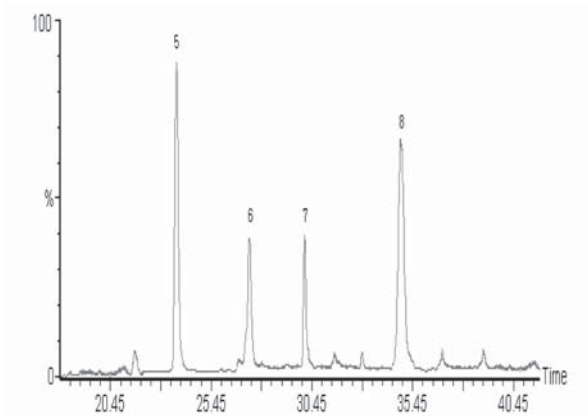

Figure 5.b : Analyse chromatographique de la deuxième fraction (margine de Sfax)

Composés	$m_x(g)$
Phénol	0,07
2-méthylphénol	0,05
3-méthylphénol	0,13

Tableau 5.a : Analyse quantitative de la première fraction (distillat de la margine de Sfax)

Composés	$m_x(g)$
Cathécol	0,13
Syringol	0,07
Tyrosol	0,05
2,3,4-triméthylphénol	0,13

Tableau 5.b : Analyse quantitative de la deuxième fraction (distillat de la margine de Sfax)

Une autre procédure de séparation a été mise en oeuvre : elle consiste à filtrer sous vide une masse de 100 g. Le filtrat obtenu est acidifié jusqu'à pH < 2 par ajout d'acide sulfurique puis soumis à une simple distillation à pression atmosphérique sans colonne de purification. On récupère ainsi une fraction claire entre 100 et 105 °C de volume 24 ml, et une autre fraction jaunâtre entre 105 et 150 °C de volume 50 ml. Chacune des deux fractions est extraite avec 15 ml d'acétate d'éthyle, la phase organique est mise dans un bain thermostaté maintenu à une température égale à 60 °C pendant 90 mn, après ajout de 0,5 ml d'anhydride acétique et 3 gouttes de pyridine.
Les analyses chromatographiques montrent que la première fraction est riche en composés phénoliques, la deuxième est constituée essentiellement d'acides phénoliques, la quantité de cathécol contenu dans la première fraction égale à 0,07 g, celle de tyrosol égal à 0,09 g. En plus de ces deux produits, l'échantillon contient d'autre monomères phénoliques tels que : 4-méthylphénol, gaicol, syringol, acide coumarique, acide propanoique en traces.
Le procédé de distillation fractionnée permet d'obtenir des fractions moins complexes, mais il nécessite un grand apport de chaleur. La quantité produite des composés phénoliques à l'échelle du laboratoire ne dépasse pas 0,50 g. Or cette quantité est insuffisante pour continuer la purification par distillation et cristallisation.

Entraînement à la vapeur d'eau

Dans l'industrie chimique, l'entraînement à la vapeur d'eau est utilisé pour la purification d'une grande quantité de produits contenant des traces d'impuretés volatiles. Il est également utilisé pour la séparation des produits qui peuvent se décomposer ou réagir à haute température et de ceux qui sont difficilement séparables par distillation fractionnée [6].
La vapeur d'eau générée par une chaudière barbotte dans la margine, qui est maintenue à une température de 130 °C afin d'éviter la décomposition des produits phénoliques. La vapeur d'eau chargée en composés volatils est refroidie puis recueillie dans un ballon. Le distillat obtenu est soumis à trois extractions par l'acétate d'éthyle pour y retirer les composés phénoliques dissous dans l'eau. Lors de cette étude, une masse de 100 g de margine de Sfax a été utilisée. Avant l'entraînement à la vapeur d'eau, cette margine a été également filtrée et acidifiée jusqu'à ce que le pH de la solution soit inférieur à 2.
Pour assurer une meilleure séparation des composés phénoliques, une seconde étape est conduite sous une pression réduite de 0,63 kPa. Lors de cette étude, une masse m0 égale à 100 g de la margine de Sfax est acidifiée jusqu'à pH égal à 1,4 puis maintenue à une température de l'ordre de 130 °C dans un bain d'huile. Le volume récupéré du distillat est égal à 1,1 L. Ce distillat est alors soumis à une distillation fractionnée à une température constante égale à 100 °C pour des intervalles de pression de 3 kPa dans le domaine compris entre 0,51 et 18,67 kPa. On obtient ainsi sept coupes de distillat (Tableau 6) qui ont été soumises à des traitements chimiques supplémentaires afin d'aboutir à une séparation des composés phénoliques de pureté convenable.
Les mesures des valeurs de pression, de masse, de volume et de température sont faites moyennant des équipements vérifiés par des étalons qui sont la propriété du Laboratoire central d'analyses et d'essais à Tunis. Ces étalons sont raccordés à l'échelle internationale, vérifiés par le Laboratoire national d'essai de Paris.

Fraction	01	02	03	04	05	06	07
P(kPa)	1,265	5,294	6,637	7,980	9,322	10,665	13,351

Tableau 6 : Valeur de la pression pour les fractions récupérées

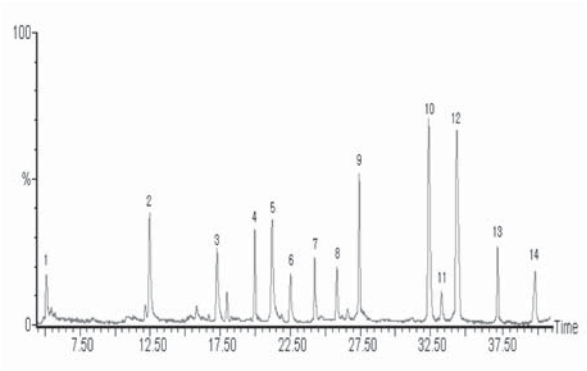

Figure 6.a : Analyse chromatographique du distillat par entraînement à la vapeur (margine de Sfax)

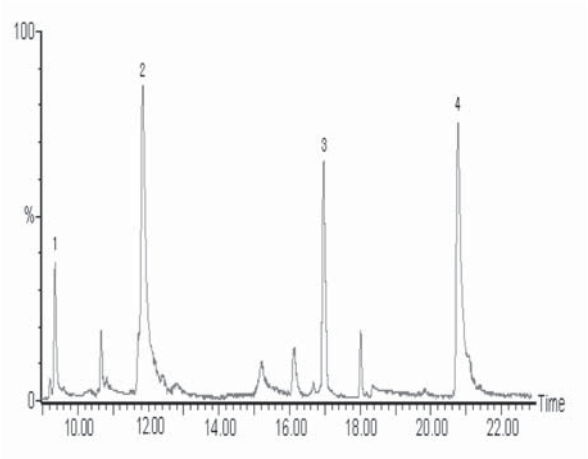

Figure 6.b : Analyse chromatographique de la première fraction (margine de Sfax)

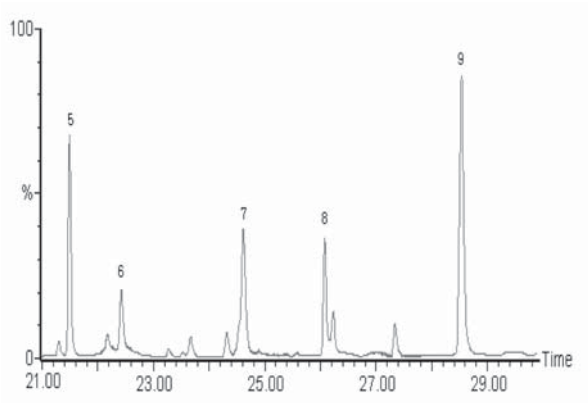

Figure 6.c : Analyse chromatographique de la deuxième fraction (margine de Sfax)

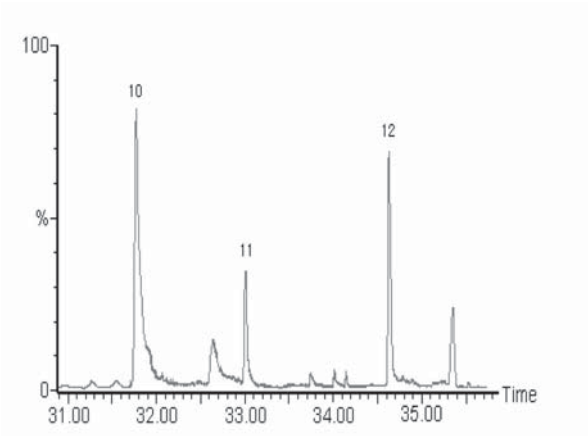

Figure 6.d : Analyse chromatographique de la troisième fraction (margine de Sfax)

Les pics qui apparaissent sur le chromatogramme (Figure 6.a) sont : phénol (1), 2-méthylphénol (2), 3-méthylphénol (3), 4-méthylphénol (4), gaicol (5), 4-méthylgaicol (6), cathécol (7), 3-méthylcathécol (8), vanilline (9), tyrosol (10), alcool homovanillique (11), hydroxytyrosol (12), acide vanillique (13), acide coumarique (14). La masse de chaque composé est donnée dans le tableau 7.a.

Les dernières fractions sont composées essentiellement des acides lourds, tels l'acide vanillique et l'acide coumarique.

Les analyses chromatographiques des fractions obtenues à partir du distillat récupéré par l'entraînement à la vapeur d'eau sont présentées sur les Figures 6.b, 6.c et 6.d et les quantités des composés phénoliques sont données dans les Tableaux 7.b, 7.c et 7.d.

Composés	$m_x(g)$
Phénol	0,03
2-méthylphénol	0,05
3-méthylphénol	0,04
4-méthylphénol	0,04
Gaicol	0,05
4-méthylgaicol	0,03
Cathécol	0,03
3-méthylcathécol	0,02
Vanilline	0,07
Tyrosol	0,07
Alcool homovanillique	0,01
Hydroxytyrosol	0,06
Acide vanillique	0,04
Acide coumarique	0,03

Tableau 7.a : Analyse quantitative du distillat par entraînement à la vapeur (margine de Sousse)

Composés	$m_x(g)$
Phénol	0,03
2-méthylphénol	0,05
3-méthylphénol	0,04
4-méthylphénol	0,04

Tableau 7.b : Analyse quantitative de la première fraction du distillat (entraînement à la vapeur de la margine de Sousse)

Composés	$m_x(g)$
Gaicol	0,05
4-méthylgaicol	0,02
Cathécol	0,03
3-méthylcathécol	0,02
Vanilline	0,07

Tableau 7.c : Analyse quantitative de la deuxième fraction du distillat (entraînement à la vapeur de la margine de Sousse)

Composés	$m_x(g)$
Tyrosol	0,06
Alcool homovanillique	0,01
Hydroxytyrosol	0,05

Tableau 7.d : Analyse quantitative de la troisième fraction du distillat (entraînement à la vapeur de la margine de Sousse)

Nous limitons notre étude aux trois premières fractions obtenues par distillation fractionnée. En effet, les autres fractions contiennent principalement des acides et des produits constitués de plusieurs noyaux benzéniques.

Conclusion

L'avantage de l'analyse par chromatographie couplée à la spectrométrie de masse est l'identification et la quantification de chacun des composés phénoliques présents dans la margine, tandis que d'autres techniques d'analyses comme celle de Folin-Ciocalteau déterminent la quantité des polyphénols totaux sans donner aucune information sur leur nature [5]. Ainsi, les analyses des extraits de deux échantillons de margine par cette technique nous ont permis de mettre en évidence la présence d'une grande variétés de monomères phénoliques.
L'importance des composés phénoliques dans divers secteurs industriels pousse les chercheurs à développer de nouvelles méthodes de séparation et de purification. Nous envisageons dans un prochain avenir d'extrapoler nos résultats à l'échelle pilote et d'optimiser les conditions d'extraction, afin de produire des quantités plus importantes, de manière sélective, et obtenir ainsi des produits spécifiques à haute valeur ajoutée.

Références

[1] A. El HADRIMI, M. BELAQZIZ, M. El HASSANI, S. HANIFI, A. ABBAD, R. CAPASSO, L. GIANFREDA et I. El HADRIMI, Physico-Chemical Characterization and Effects of Olive Oil Mill Wastewaters Fertirrigation on the Growth of Some Mediterranean Crops, Journal of Agronomy, N° 3, 2004.

[2] NADIA BENYAHIA et KARIM ZEIN, Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées, actes de la 2e Conférence internationale : Swiss Environmental Solutions for Emerging Countries, à Lausanne, Suisse, 2003.

[3] ALI NEFZAOUI, Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par une valorisation optimale des sous-produits, Options Méditerranéennes, Tunisie, 2003.

[4] A. TSIOULPA, D. DIMOU, D. ICONOMOU, G. AGGELIS, Phenolic Removal in Olive Oil Mill Wastewater by Strains of Pleurotus spp. in Respect to their Phenol Oxidase (laccase) Activity, Bioresource Technology, N° 84, 2002.

[5] Centre d'expertise en analyse environnementale, Détermination des composés phénoliques : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse après dérivation avec l'anhydride acétique, actes de séminaire, N° MA. 400 – Phé 1.0, Québec, 2005.

[6] GORAN M. NIKOLIC, JELICA M. PEROVIC, RUZICA S. NIKOLIC, MILORAD M. CAKIC, Salting-out Extraction of Cathechol and Hydroquinone from Aqueous Solutions and Urine Samples, Physics, Chemistry and Technology Vol. 2, N° 5, Serbia and Montenegro, 2003.

[7] MURWANASHYAKA JEAN NÉPOMUSCÈNE, Séparation et purification du 2,6-diméthoxyphénol, du 4-éthylgaiacol, du cathécol et du éthylcyclopentonolone à partir de l'huile pyrolytique provenant de l'écorce de bouleau à papier, thèse de doctorat, Faculté des études supérieures de Laval, Canada, 2000.

[8] HABIB AYADI, JANNET ELLOUNI, MAHMOUD TRABELSI, MEKKI BOUKHRIS, IMED CHRAIF et MOHAMED HAMMAMI, Apport of Methods Extraction : Liquid/Liquid, CPG, CG/SM for Analysis of the Organic Micropolluants, The Changing Coast, N° 972, Portugal, 2002.

[9] BASSEM JAMOUSSI, AHMED BEDOUI, BECHIR BEN HASSINE, ABDELMENEF ABDERRABA, Analyses of Phenolic Compounds Occurring in Olive Oil Mill Wastewaters by GC–MS, Toxicological and Environmental Chemistry, Vol 87, N° 1, 2005.

[10] NINA NI et MOHAMED M. EL-SAYED, TAPAN SANGHVI, SAMUEL H. YALKOWSKY, Estimation of the Effect of NaCl on the Solubility of Organic Compounds in Aqueous Solutions, Journal of Pharmaceutical Sciences Vol. 89, N° 12, 2000.

[11] JEAN NE PO MURWANASHYAKA, HOOSHANG PAKDEL, CHRISTIAN ROY, Separation of Syringol from Birch Wood-Derived Vacuum Pyrolysis Oil, Separation and Purification Technology, N° 24, Canada, 2001.