



# Alternativas para el tratamiento de salmueras procedentes del procesado de aceitunas: procesos químicos y biológicos

**Laura Pastor Alcañiz** doctora en Ingeniería Química, responsable del Departamento de I+D+i de Depuración de Aguas del Mediterráneo (DAM)

**Silvia Doñate Hernández** ingeniera agrónoma, técnico de I+D+i de Depuración de Aguas del Mediterráneo (DAM)

**Eva Ferrer Polonio** ingeniera química y máster en Seguridad Industrial y Medio Ambiente del Instituto de Seguridad Industrial, Radiofísica y Medioambiental (ISIRYM) de la Universitat Politècnica de València

**José Antonio Mendoza Roca** doctor Ingeniero Industrial, profesor titular de Ingeniería Química del Instituto de Seguridad Industrial, Radiofísica y Medioambiental (ISIRYM) de la Universitat Politècnica de València

**Alicia Iborra Clar** doctora en Ciencias Químicas, profesora contratada de Ingeniería Química del Instituto de Seguridad Industrial, Radiofísica y Medioambiental (ISIRYM) de la Universitat Politècnica de València

Las salmueras de fermentación procedentes del procesado de las aceitunas de mesa al estilo español (SFA) son difíciles de depurar debido a su naturaleza. Este tipo de aguas residuales se caracteriza por tener elevados valores de conductividad (77-99 mS/cm), sólidos en suspensión (700-1.900 mg/L) y demanda química de oxígeno - DQO- (13.800-22.000 mg/L). Además, contienen compuestos fenólicos (800-1.300 mg/L). En este trabajo se ha llevado a cabo la exhaustiva caracterización de las SFA, analizando 20 muestras procedentes de una planta de envasado. Además, se han evaluado las siguientes alternativas para su tratamiento: ajuste de pH con sedimentación, adsorción y tratamiento biológico.

#### Palabras clave

Aceitunas de mesa, salmueras de fermentación, polifenoles, tratamientos químicos, tratamientos biológicos

#### **Alternatives for the treatment of brines from olives processing: chemical and biological processes**

*The treatment of fermentation brine from Spanish style green table olives processing is difficult by to their very nature. These wastewaters are characterized by very high conductivity (77-99 mS/cm), high values of suspended solids (700-1.900 mg/L) and chemical oxygen demand -COD- (13.800-22.000 mg/L). Furthermore, these waters containing phenolic compounds (800-1.300 mg/L). In this work, fermentation brines have been exhaustively characterized, by analysing 20 samples from a packaging plant. Also, have been evaluated the alternatives below for their treatment: pH adjustment with sedimentation, adsorption and biological treatment.*

#### **Keywords**

*Table olives, fermentation brines, polyphenols, chemical treatment, biological treatment*



## 1. Introducción

Algunos efluentes industriales se caracterizan por tener elevadas concentraciones de materia orgánica disuelta y sales. A estos efluentes se le denominan también salmueras o aguas residuales hipersalinas. Las principales industrias que generan este tipo de aguas residuales pertenecen al sector alimentario (principalmente las de encurtidos y de procesado del pescado), al sector del curtido de pieles y al sector petroquímico (Lefebvre y Moletta, 2006). Las salmueras de fermentación del procesado de las aceitunas de mesa estarían englobadas en este tipo de aguas.

La producción de aceitunas de mesa se concentra principalmente en países mediterráneos como España, Italia, Grecia, Túnez y Marruecos, siendo España uno de los mayores productores. Entre los años 2005 y 2011 la producción mundial fue de 2,15 millones de toneladas, de los cuales el 24% pertenecen a España [2]. El objetivo del tratamiento de las aceitunas de mesa es la eliminación de su amargura natural, que se debe principalmente a la oleuropeína, que es un polifenol que solo se encuentra en estos frutos. El proceso tiene tres etapas:

- Tratamiento de las aceitunas con una disolución de hidróxido de sodio (1-2% w/v) durante 8-12 horas. En esta etapa, se hidroliza la oleuropeína.

- Enjuague con agua.

- Fermentación en salmuera que contiene cloruro de sodio (4-8% w/v) y ácido láctico para ajuste del pH. Las propiedades organolépticas de las aceitunas se mejoran mediante esta disolución. Esta etapa tiene una duración aproximada de 2 meses, tras los cuales las aceitunas de mesa están preparadas para su uso.

Las salmueras de fermentación procedentes del procesado de las aceitunas de mesa al estilo español (SFA) se caracterizan por ser aguas con un pH ácido (3,9-4,1) y tener elevados valores de conductividad (77-99 mS/cm), sólidos en suspensión (700-1.900 mg/L), DQO (13.800-22.000 mg/L) y compuestos fenólicos (800 y 1.300 mg/L).

El alto contenido en sales y en sólidos orgánicos hace que su eliminación sea un problema especialmente difícil de resolver. Además, el tratamiento biológico es de difícil aplicación (Moussavi *et al.*, 2010; Reid *et al.*, 2006), debido principalmente a su elevada conductividad, que provoca la desfloculación del fango activo, y a la presencia de compuestos fenólicos, que inhiben la efectividad de los microorganismos. Tradicionalmente, se utilizaban balsas de evaporación solar, pero la legislación actual cada vez más restrictiva en aspectos medioambientales limita la utilización de este tipo de actuaciones, debido a que producen malos olores y pueden provocar filtraciones en los suelos y contaminación de acuíferos. Otros tratamientos propuestos son la ozonización (Segovia-Bravo *et al.*, 2008), los tratamientos Fenton (Rivas *et al.*, 2003) o la electrocoagulación (García-García *et al.*, 2011). Estos tratamientos consiguen la depuración parcial de las salmueras, pero tienen como inconveniente unos elevados costes económicos y una necesidad de personal especializado en su ejecución.

## 2. Objetivos

El objetivo de este trabajo es el estudio de tres tratamientos alternativos a los mencionados para la depuración la salmuera efluente del procesado de la aceituna: ajuste de pH y posterior sedimentación, adsorción y tratamiento biológico.

Estos tratamientos se plantean con el fin de eliminar la DQO y los compuestos fenólicos presentes, manteniendo la concentración de sal, con vistas a una posterior reutilización de la salmuera. Su aplicación no es restrictiva, siendo más aconsejable la combinación de varios de estos procedimientos con el fin de alcanzar un tratamiento final más efectivo.

## 3. Metodología

### 3.1. Materiales

#### 3.1.1. Salmuera de fermentación del procesado de la aceituna (SFA)

Se emplearon 20 muestras que se conservaron a una temperatura entre 2 y 4 °C.

#### 3.1.2. Reactivos

Para el ajuste de pH se utilizó HCl (6 N) y NaOH (10 M). Para la determinación de fenoles: hexano, acetato de etilo, metanol y Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (20% w/v) y el reactivo de Folin-Ciocalteu. Para la adsorción se probaron distintos tipos de carbón activo en polvo (CAP) de Chiemiwall, que se detallan en la **Tabla 1**.

### 3.2. Métodos analíticos

El pH y la conductividad se midieron directamente con un medidor de GLP 21+ y un medidor de conductividad EC-Meter GLP 31+, ambos de Crison. La turbidez se determinó con un turbidímetro D-112 de Dinko Instruments. La DQO y los iones se midieron mediante espectrofotometría con un DR600 de Hach Lange, utilizando kits de reacción. Los SS y los SSV se obtuvieron siguiendo la norma UNE-EN 872:1996 [8].

#### 3.2.1. Determinación de fenoles

Para la medición de fenoles, se llevó a cabo una extracción líquido-líquido

**Tabla 1.** Carbón activo en polvo.

Carbón activo	Características	pH
Clarimex 061 CAE	Madera de pino activada con ácido fosfórico	2-4
Clarimex 061 CAE	Modificado del CAE	
BM8	Bituminosos activado con vapor de agua	9-10
CCP80	Cáscara de coco activado con vapor de agua	

do con acetato de etilo de acuerdo a El-Abbassi *et al.* (2011). Los extractos obtenidos se utilizaron para el análisis de los fenoles totales y de los fenoles concretos presentes en la muestra. En el primer caso se midieron por espectrofotometría siguiendo el método de Singleton *et al.* (1999) y presentando los resultados como miligramos de tirosol equivalente por litro (mg TY/L). En el segundo se utilizó un equipo UPLC de Acquity de Waters con detector PDA y 2996 y una columna C18 (2,1 x 100 mm, 1,7 micras) de Waters BEH.

### 3.2.2. Determinación de la actividad antioxidante total (AAT)

La AAT se determinó mediante la versión modificada del ensayo de ABTS utilizado por Cassano *et al.* (2011). Los resultados se expresaron como equivalentes mM Trolox.

### 3.2.3. Determinación de la toxicidad

Para la estimación de la toxicidad se utilizó el sistema Microtox y se siguió la norma ASTM correspondiente [12]. Los resultados de toxicidad se han expresado en unidades de toxicidad (UT). Los valores límite de emisión de toxicidad para descargas de aguas residuales industriales al sistema de alcantarillado municipal de acuerdo con la autoridad regional (EPSAR) son 15, como concentración máxima media diaria y 30, como concentración máxima instantánea [13].

## 3.3. Equipos y procedimientos

### 3.3.1. Jar-test

Los ensayos de ajuste de pH para posterior precipitación y de adsorción con CAP se realizaron en un equipo *jar-test* Flocumatic 4 de JP Selecta con control de velocidad y capacidad para 4 vasos. Se utilizaron muestras de 500 ml de SFA y se operó a una temperatura de  $21 \pm 1^\circ\text{C}$ :

- Ajuste de pH con sedimentación: se modificó el pH agitando a 150 rpm. Tras el ajuste se mantuvo

la agitación a 60 rpm durante 15 minutos, para favorecer la formación de flóculos. El tiempo de sedimentación fue de 60 minutos. Se midió la turbidez, SS, DQO y fenoles totales.

- Adsorción con CAP: los ensayos se llevaron a cabo a 150 rpm y el tiempo de reacción varió entre 1 y 4 horas. Se midió DQO y fenoles totales.

### 3.3.2. Reactor biológico secuenciado (SBR)

El reactor de laboratorio empleado es de metacrilato y tiene capacidad para 8 L. El sistema está formado por un agitador mecánico, una bomba de llenado y otra de vaciado, un compresor de aire, una sonda de nivel y un oxímetro. El reactor está controlado de forma automática, pudiendo programar los ciclos de operación: llenado, reacción, vaciado y sedimentación. Además, permite medir la concentración de oxígeno disuelto en continuo. El autómata se programó para mantener los niveles entre 1,5 y 2,5 mg  $\text{O}_2/\text{L}$  disuelto en la fase de reacción aerobia. En la **Figura 1** se puede observar el SBR utilizado en los ensayos.

El reactor se inoculó con un fango activo utilizado en el tratamiento de lixiviados (conductividad de 12 mS/cm), para partir de una biomasa adaptada a una salinidad moderada. Se operó con un tiempo de retención hidráulico muy alto (40 días) para facilitar la adaptación de los microorganismos a las condiciones de salinidad de la salmuera (se utilizaron como alimento la SFA15 y SFA16) y permitir la adaptación progresiva a los compuestos fenólicos. El SBR operó con un volumen de 6 litros y un ciclo de 24 horas con las siguientes fases: llenado (2 min), reacción (60 min anóxico + 1.286 min con aporte de oxígeno), sedimentación (90 min) y vaciado (2 min). En la

**Figura 1.** Reactor biológico discontinuo.





**Tabla 2** se resumen los parámetros operativos durante los 108 días de ensayo. Para el efluente se midió pH, conductividad, turbidez, DQO de forma periódica. Además, se midió al final del ensayo (día 100) los fenoles totales, tirosol e hidroxitirosol (UPLC), la capacidad antioxidante y la toxicidad. Para el licor de mezcla (LM) se midió SSLM y SSVLM. Durante el periodo de operación no se realizó ninguna purga de fangos.

## 4. Resultados

### 4.1. Caracterización de la salmuera de fermentación

En la **Tabla 3** se muestran los valores medios y la desviación estándar calculadas tras el análisis de las 20 muestras de SFA.

Se trata de un efluente ácido con una elevada conductividad, debida a la alta concentración de cloruro sódico. La fracción orgánica presenta valores muy altos de DQO debido a la presencia de azúcares y compuestos fenólicos, algunos compuestos nitrogenados, ácidos orgánicos, taninos, pectinas, carotenoides y los residuos de aceite. También se observan elevados valores de turbidez y sólidos en suspensión. Tras el análisis de UPLC se confirmó que los únicos compuestos fenólicos detectados fueron el tirosol (TY) y el hidroxitirosol (HTY). Esto difiere de los resultados publicados por otros autores [14,15] que detectan, además de los ya mencionados: ácido gálico, ácido protocatecuico, ácido caféico y ácido cumárico. Sin embargo, está de acuerdo con lo estudiado por Brenes *et al.* (1995) y Fendri *et al.* (2013), que informaron que el ácido caféico y el ácido cumárico pueden desaparecer durante la etapa de fermentación. Sin embargo, las concentraciones de tirosol e hidroxitirosol permanecen prácticamente constantes.

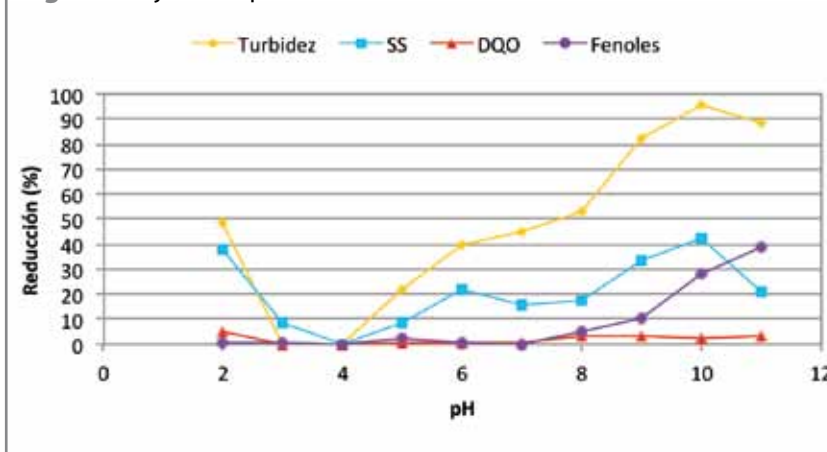
**Tabla 2.** Características operacionales del SBR.

Características operativas	
Volumen de reacción	6 L
Volumen de alimentación	150 mL/día
Temperatura	18 - 20 °C
Oxígeno disuelto	1,5 - 2,5 mg O <sub>2</sub> /L
Tiempo de retención hidráulico	40 días
Ciclos	1 ciclo/día

**Tabla 3.** Caracterización FTOP.

Parámetros fisicoquímicos	Contenido
pH	4,0 ± 0,1 (unidades de pH)
Conductividad	88 ± 11 (mS/cm)
Turbidez	328 ± 128 (NTU)
DQO soluble	17.935 ± 4.099 (mg/L)
Na <sup>+</sup>	70.567 ± 16.737 (mg/L)
Cl <sup>-</sup>	62.729 ± 15.310 (mg/L)
SS	1.319 ± 622 (mg/L)
SSV	734 ± 357 (mg/L)
Fenoles totales	1.045 ± 245 (mg TY/L)
Perfil fenólico: Hidroxitirosol Tirosol	620 ± 130 (mg HTY/L) 75 ± 82 (mg TY/L)

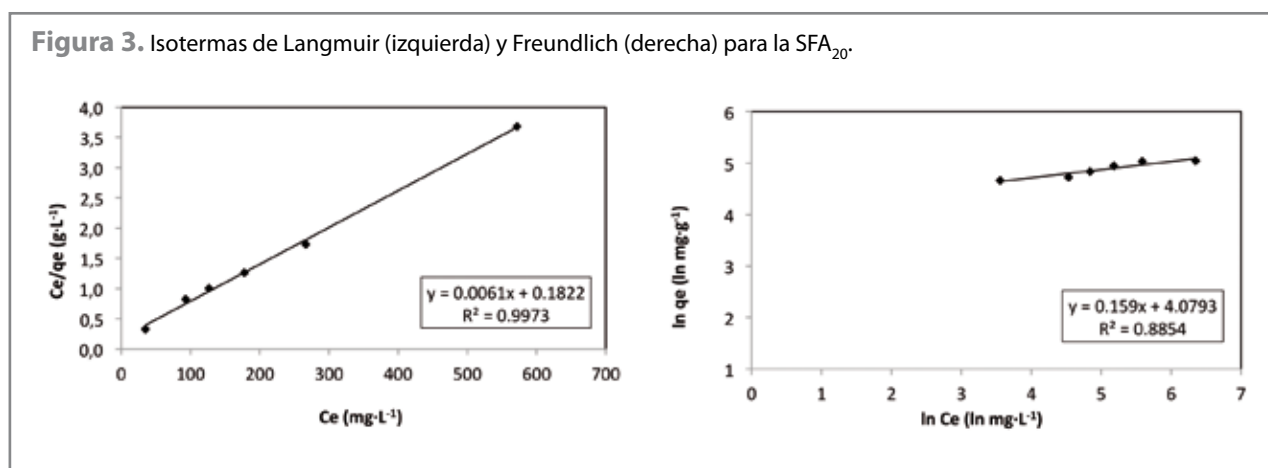
**Figura 2.** Ajuste de pH con sedimentación.



### 4.2. Ajuste de pH con sedimentación

En la **Figura 2** se puede ver la turbidez, SS, DQO y fenoles totales del agua tratada tras la sedimentación, para un rango de valores de pH entre 2 y 11. Para los ensayos se utilizó

la muestra SFA20 con las siguientes características: pH = 4, conductividad = 73.7 mS/cm, DQO = 14155 mg/L, SS = 971 mg/L, turbidez = 186 NTU, fenoles totales = 885 mg TY/L, HTY = 263 mg HTY/L y TY = 45 mg TY/L.



Se observa que cualquier variación de pH respecto del original de la salmuera, produce una reducción en la turbidez, siendo máxima a pH 10 y 11 con un 95% y 97% de eliminación, respectivamente. La concentración de SS siguió la misma tendencia, consiguiendo una eliminación del 42% y 45% a pH 10 y 11, respectivamente. En cuanto a los compuestos fenólicos, no hubo reducción de la concentración hasta llegar a valores de pH por encima de 8, a partir del cual dicha reducción fue aumentando a medida que se incrementó el pH, consiguiendo un 39% a pH = 11. Esta reducción puede ser explicada por la oxidación hidroxitirosol en condiciones alcalinas [18]. Finalmente, no se registró una disminución de la demanda química de oxígeno, ya que se midió la DQO soluble. La ligera reducción que se obtuvo a partir de pH = 8 fue debida a la eliminación de fenoles.

#### 4.3. Adsorción con carbón activo en polvo (CAP)

En el tratamiento con CAP se midió la DQO y concentración fenólica tras la adsorción para evaluar el rendimiento de depuración alcanzado.

En primer lugar se llevó a cabo la elección del carbón que proporcionara una mayor eliminación de fenoles. Para ello, se ensayaron los 4

CAP con la SFA15 (DQO = 18.500 mg/L y 1.391 mg/L de fenoles totales), una concentración de 4 g/L de carbón y un tiempo de reacción de 4 horas. El mejor carbón fue el BM8 con una eliminación del 66,9%, seguido del CCP80 con 57,5%. Para los Clarimex 061 se obtuvo un 49,8% para el CAE y un 33,8 para el GAE. Con ello queda claro que para la adsorción de fenoles de bajo peso molecular son más efectivos los carbones meso o microporosos que los macroporosos. Además, los compuestos fenólicos de la SFA son ácidos débiles cuya separación se ve reforzada por los grupos funcionales alcalinos de la superficie del CAP.

Una vez elegido el mejor carbón se determinó el tiempo requerido en la adsorción para alcanzar la concentración de fenoles totales de equilibrio. Se realizó un *jar-test* para tres concentraciones de BM8 (2, 4 y 6 g/L) y 7 tiempos de reacción (10, 15, 20, 30, 45, 60 y 120 minutos). En los tres casos se produjo una adsorción muy rápida en los 15 primeros minutos, que va ralentizándose hasta llegar a una concentración estable a partir de los 60 minutos.

Una vez obtenido este tiempo de equilibrio se procedió a estudiar las isotermas de Langmuir y Freundlich, para conocer el tipo de adsorción que se da en el CAP utilizado, cuyas

ecuaciones linealizadas son:

- Langmuir (**Ecuación 1**):

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{K_L \cdot q_0} + \frac{1}{q_0} \cdot C_e$$

- Freundlich (**Ecuación 2**):

$$\ln q_e = \ln K_f + \frac{1}{n} \cdot \ln C_e$$

Para ello, se realizó un *jar-test* con concentraciones de BM8 de 1 a 8 g/L y la muestra SFA20, utilizada también en los ensayos de ajuste de pH (DQO = 14.155 mg/L y 885 mg/L de fenoles totales). En la **Figura 3** se puede observar que los datos experimentales se correlacionan mejor con la isoterma de Langmuir, que asume una superficie uniforme y una única capa donde se produce la adsorción. Los coeficientes correspondientes son:  $q_0 = 163.934$  (mg/g) y  $K_L = 0,033$  (L/mg).

En la **Tabla 4** se presenta la reducción de DQO y fenoles totales obtenida en este ensayo para las ocho concentraciones de BM8 utilizadas.

#### 4.4. Tratamiento biológico

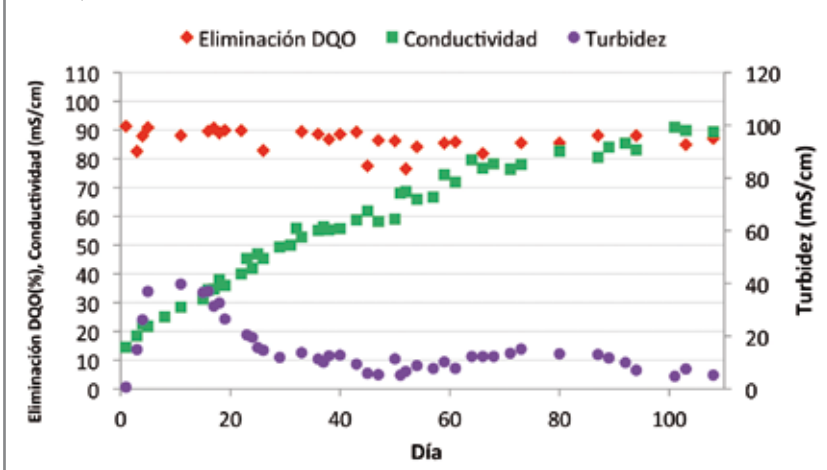
La **Figura 4** muestra la evolución de la eficiencia de eliminación de DQO, la conductividad y los valores de turbidez en el efluente para 108 días de funcionamiento del reactor. Durante



**Tabla 4.** Eliminación de DQO y fenoles totales para la muestra SFA<sub>20</sub> con BM8.

BM8 (g/L)	Reducción (%)	
	DQO	Fenoles totales
1	4,8	9,8
2	6,9	22,0
3	8,1	31,3
4	13,0	42,9
5	17,8	51,6
6	17,6	60,3
7	24,8	67,4
8	20,7	75,4

**Figura 4.** Evolución de la conductividad, turbidez y eliminación de DQO en el SBR.



este tiempo el pH del efluente estuvo entre 8,2 y 8,5.

En los primeros 43 días de operación la conductividad pasó de 12 a 59 mS/cm, manteniéndose la eliminación de DQO en torno al 90%. Durante el período que fue del día 54 al 80, la conductividad continuó aumentando hasta los 83 mS/cm y se registró una progresiva disminución en la eliminación de materia orgánica, hasta llegar a valores del 85%. A partir del día 81 este valor se incrementó hasta un 88% y se alcanzó en el SBR la misma conductividad que en la SFA utilizada como alimento.

La eficiencia en la eliminación de DQO al final del ensayo se asoció con una carga másica de 0,06. Este

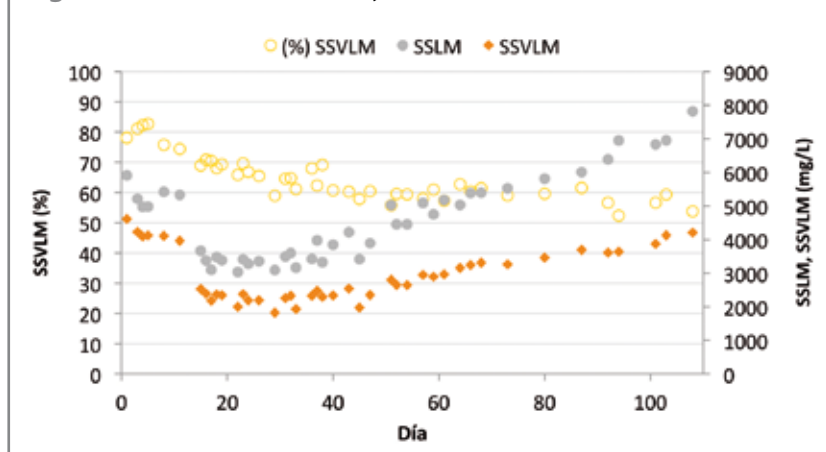
valor está en el intervalo usado comúnmente para el diseño y operación de los reactores biológicos con aguas residuales de la agroindustria.

La **Figura 5** muestra los parámetros medidos en el licor de mezcla: SSLM y SSVLM. La temperatura del reactor se mantuvo entre 18 y 20 °C. Durante los 10 primeros días de la operación se produjo un fenómeno de disgregación de los flóculos, que llevó asociado un aumento de la turbidez del efluente (hasta 39 NTU), tal y como se observa en la **Figura 5**, debido al choque osmótico. Como era de esperar, esto coincidió con una reducción de los SSLM (de 5.900 a 3.100 mg/L) por la pérdida de biomasa en el efluente. A partir del día 17 días, los SSLM fueron en aumento y la turbidez disminuyó hasta valores de 5-10 NTU, donde se mantuvo constante hasta el final del ensayo.

En la **Tabla 5** se muestran las concentraciones de fenoles totales, tirosol e hidroxitirosol (que son los únicos fenoles identificados en las SFA), la AAT y la toxicidad en las dos muestras de alimento utilizadas y en el efluente, para el día 100.

A la vista de los datos, se observa que el tratamiento biológico es capaz de eliminar el 97,8% de los fenoles totales, tras el periodo de puesta en marcha y una vez el sistema ha alcanzado la conductividad de trabajo. Esto se confirmó con los valores obtenidos de tirosol e hidroxitirosol en el efluente. De la

**Figura 5.** Evolución de los SSLM y los SSVLM en el SBR.



**Tabla 5.** Concentración fenólica en SFA<sub>15</sub>, SFA<sub>16</sub> y efluente del SBR en el día 100. Nota: nd = por debajo del límite de detección del equipo.

Parámetro	SFA15	SFA16	SBR <sub>efluente</sub>
Fenoles totales (mg TY/L)	929	1.109	24
Tirosol (mg TY/L)	82	76	nd
Hidroxitirosol (mg HTY/L)	553	613	nd
AAT (mM Trolox)	13,4	11,1	1,8
Toxicidad (UT)	38,8	40,0	3,6

misma manera, se eliminó más de un 80% de la AAT. La toxicidad analiza confirma que no hay productos intermedios peligrosos que se pudieran haber formado durante la biodegradación, obteniendo un 90% de reducción en el efluente.

## 5. Conclusiones

Tras caracterizar 20 muestras de salmueras de fermentación procedentes de la producción de aceitunas de mesa, se ha establecido un rango de variación para los parámetros principales de este tipo de aguas residuales, que pone de manifiesto la dificultad que presenta su depuración. Con los tres tratamientos propuestos en el estudio realizado, se consiguió reducir en gran medida parte de la carga contaminante de estas salmueras:

- El ajuste de pH con posterior sedimentación redujo la turbidez y los sólidos en suspensión. Para valores de pH de 10 y 11 se alcanzó una disminución de la turbidez del 95% y 97% y una eliminación de SS del 42% y 45%, respectivamente.

- El tratamiento con CAP redujo la DQO y concentración de fenoles. Se seleccionó el carbón BM8 como mejor carbón para trabajar al pH natural de la muestra. Con él se consiguió reducir un 20,7% de la DQO y un 75,4% de los fenoles totales

para una concentración de 8 g/L. Se estableció que el tiempo de reacción para alcanzar el equilibrio de adsorción son 60 minutos y los resultados experimentales confirmaron que el BM8 se correlaciona con la isoterma de Langmuir. Esto indica el tipo de adsorción que se presenta en este carbón, que supone una adsorción en la capa superficial del mismo. Con la ecuación obtenida se puede calcular la cantidad de BM8 necesaria para conseguir, a partir de una concentración inicial de fenoles totales, la concentración final deseada.

- El tratamiento biológico con fango activo de las salmueras de fermentación es complicado, no solo por la alta salinidad, sino también por la presencia de compuestos fenólicos que inhiben la actividad de los microorganismos. Sin embargo, en este trabajo se ha demostrado que es posible la adaptación de la biomasa a estas condiciones, con tiempos de retención hidráulico (TRH) elevados. Tras 108 días de operación y con un TRH de 40 días, se consiguió una eliminación de DQO del 88%, la eliminación del 97,8% de los fenoles totales y un efluente con una toxicidad y AAT muy bajas.

### Bibliografía

[1] Lefebvre O.; Moletta R. (2006). Treatment of organic pollution in industrial saline wastewater: A literature review. *Water Res.*, núm. 40, págs 3671-3682.

[2] ASEMESA. Asociación de Exportadores e Industriales de Aceitunas de Mesa. URL [online] [http://www.asemesa.es/content/datos\\_generales\\_del\\_sector](http://www.asemesa.es/content/datos_generales_del_sector) [December 2013].

[3] Moussavi G.; Barikbin B.; Mahmoudi M. (2010). The removal of high concentrations of phenol from saline wastewater using aerobic granular SBR. *Chem. Engin. J.*, núm. 158, págs. 498-504.

[4] Reid E.; Liu X.; Judd S.J. (2006). Effect of high salinity on activated sludge characteristics and membrane permeability in an immersed membrane bioreactor. *J. Membr. Sci.*, núm. 283, págs. 164-171.

[5] Segovia-Bravo K.A.; García-García P.; Arroyo-López F.N.; López-López A.; Garrido-Fernández A. (2008). Ozonation process for the regeneration and recycling of Spanish green table olive fermentation brines. *Eur. Food Res. Technol.*, núm. 227, págs. 463-472.

[6] Rivas F.J.; Beltrán F. J.; Gimeno O.; Alvarez P. (2003). Optimisation of Fenton's reagent usage as a pre-treatment for fermentation brines. *Journal of Hazardous Materials*, núm. B96, págs. 277-290.

[7] García-García P.; López-López A.; Moreno-Baquero J.M.; Garrido-Fernández A. (2011). Treatment of wastewaters from the green table olive packaging industry using electrocoagulation. *Chem. Eng. J.*, núm. 170, págs. 59-66.

[8] APHA AWWA WEF (2005). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st ed. American Public Health Association, Washington DC, USA.

[9] El-Abbassi A.; Khayet M.; Hafidi A. (2011). Micellar enhanced ultrafiltration process for the treatment of olive mill wastewater. *Water Res.*, núm. 45, págs. 4.522-4.530.

[10] Singleton V.; Orthofer R.; Lamuela-Raventós R.M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods Enzymol.*, núm. 299, págs. 152-178.

[11] Cassano, A.; Conidi, C.; Drioli, E. (2011). Comparison of the performance of UF membranes in olive mill wastewaters treatment. *Water Res.*, núm. 45, págs. 3.197-3.204.

[12] ASTM (1995) Standard Test Method for Assessing the Microbial Detoxification of Chemically Contaminated Water and Soil Using a Toxicity Test with a Luminescent Marine Bacterium. D-5660-95.

[13] EPSAR, Entidad Pública de Saneamiento de Aguas Residuales. Modelos de ordenanza de vertidos a la red municipal de alcantarillados. Generalitat Valenciana (1996).

[14] Bouaziz, M.; Lassoued, S.; Bouallagui, Z.; Smaoui, S.; Gargoubi, A.; Dhoub, A.; Sayadi, S. (2008). Synthesis and recovery of high bioactive phenolics from table-olive brine process wastewater. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, núm. 16, págs. 9.238-9.246.

[15] Othman, M.B.; Roblain, D.; Chammen, N.; Thonart, P.; Hamdi, M. (2009). Antioxidant phenolic compounds loss during the fermentation of Chétoui olives. *Food Chemistry*, núm. 116, págs. 662-669.

[16] Brenes, M.; Rejano, L.; García, P.; Sanchez, A.H.; Garrido, A. (1995). Biochemical changes in phenolic compounds during Spanish-style green olive processing. *J. Agric Food Chem.*, núm. 43, págs. 2.702-2.706.

[17] Fendri, I.; Chamkha, M.; Bouaziz, M.; Labat, M.; Sayadi, S.; Abdelkafi, S. (2013). Olive fermentation brine: biotechnological potentialities and valorization. *Environ. Technol.*, núm. 34, págs. 181-193.

[18] García, P.; Brenes, M.; Vattan, T.; Garrido, A. (1992). Kinetic study at different pH values of the oxidation process to produce ripe olives. *J. Sci. Food Agric.*, núm. 60, págs. 327-331. 