

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERRI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE ENVIRONNEMENT

THEME

**Valorisation du bois de chêne zeen et chêne
afares**

Présenté par ***FERDJANI Sadia et SLIMANI Ounissa***

Soutenue le 24/12/2020, devant le Jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Affectation	Qualité
M^r Slimane Kadouche	MCA	UMMTO	Président
M^{me} Louni Dalila	MAA	UMMTO	Encadreur
M^r Rahmoune M^{ed} Ameziane	MCB	UMMTO	Examinateur

Remerciement

Nous remercions en premier lieu Dieu qui nous a donnés la force et la patience pour terminer ce travail.

Nous tenons à exprimer nos remerciements à notre encadreur Madame LOUNI.D qui a proposé et dirigé ce travail.

Nous remercions monsieur le président de jury, ainsi que les membres du jury d'avoir accepté de juger ce travail.

Nous tenons à remercier les responsables et tout le personnel du laboratoire de chimie de l'environnement spécialement Madame SEMANE.R et ABDERRAHMANI.F pour les facilités qu'ils nous ont accordé pour terminer ce travail.

Enfin, nous remercions toutes les personnes, qui ont contribué de près ou de loin, directement ou indirectement à l'aboutissement de ce modeste travail.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents pour leur affection, et leur amour

Que ce travail soit le fruit de toutes leur peines et sacrifices avec moi

Acceptez ce travail témoignage de l'estime,

Le respect et le grand amour que j'éprouve pour vous.

A ma plus grande joie mes sœurs Amina et Lynda mes frères TOUFIK et SAID, Qu'Allah nous garde les uns pour les autres.

A toute ma famille.

A ma binôme **OUNISSA**, sans qui rien du tout ne serait possible. A **LYLIA** et **ASSIA** pour tous les bons moments qu'on a partagés ensemble.

Je remercie également mes chers amis qui ont toujours été là pour moi et qui m'ont toujours apporté leurs aides et encouragement.

A ma meilleure THINHINANE

A tous ceux qui m'estiment et qui me sont chers.

Sandia

Dédicaces

Je dédie ce mémoire de fin d'études à mes parents et à ma grande mère (Yamina) qui sont partis tôt. J'aurais aimé qu'ils soient avec moi ce jour pour leur dire que votre fille a réalisé votre rêve.

Je tiens à remercier mon petit frère Idris ; ma petite sœur Smahan.

Je tiens à souligner l'importance de mes parents de cœurs Salem, Nadia (mon oncle et ma tante) et de ma tante Rosa pour toujours avoir été à mes cote et m'avoir soutenu tout ce que j'ai entrepris au long de mes études et dans ma vie courante.

Je remercie leurs enfants qui sont dans mon cœur mes frères et sœurs surtout Souhila et lamia.

Je remercie ma belle-mère (Tounsia seconde épouse de mn père) ainsi que sa famille.

A ma binôme et grande amie Saadia avec qui j'ai partagé le chemin ; tous amis et toutes personnes qui ma encourager et aider au long de mes études.

Sans oublier mes cher(e)s ami(e)s qui n'ont pas cessé de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études, je vous remercie pour votre amour et soutien inconditionnel surtout Lynda ; Nina ; Ouarda , Assia et Lilia

Ounissa



Liste des abréviations

Abréviations	Significations
Abs	Absorbance
ADL	Acide Détergent Lignine
°C	Degré Celsius
□	Taux de cellulose
C	Concentration
F.C	Folin-Ciocalteu
g	gramme
H ₂ SO ₄	Acide sulfurique
m	masse
MEB	Microscope électronique à Balayage
ml	millilitre

min	minute
Na₂CO₃	Bicarbonates de sodium
NaOH	Hydroxyde de sodium
NF	Norme Française
ONAB	Office National des Aliments du Bétail
P	Poids
S	Sous couche
IRTF	Infrarouge transforme de Fourier
T	Température
TC	Teneur en cendre
TH(%)	Taux d'humidité

UV	Ultra-Violet
B	Béta
μm	micromètre
λ	Longueur d'onde



Liste des figures

Liste des tableaux

Tableau III-1 : Résultats des absorbances obtenus des solutions filles d'acide gallique⁴

Tableau III- 2 Les bandes d'absorptions enregistrées des différentes fibres étudiées par SPIR..... 7

Liste des figures

Figure I-1 : Anatomie macroscopique du bois2

Figure I-2 : Les trois directions principales du bois.....3

Figure I-3 : vu microscopique du bois des résineux4.

Figure I-4 : vu microscopique des feuillus 5

Figure I-5 : Structure d'une paroi cellulaire 6

Figure I-6 : Eléments constitutifs de la matière ligneuse 7

Figure I-7 : formule chimique de la cellulose..... 7

Figure I-8 : Liaisons hydrogènes inter et intramoléculaires entre deux macromolécules.8

Figure I-9 : La structure d'une fibre cellulosique 8

Figure I-10 Représentation des microfibrilles constituant la fibre de la cellulose..... 9

Figure I-11:1 Les principaux monosaccharides composants les hémicelluloses..... 9

Figure 12 : Principaux monomères de la lignine 10

Figure I-13 : Association de la lignine et les polysaccharides du bois anhydre 11

Figure I-14 : Composés phénoliques simple isolés du bois feuillus et résineux 11

Figure I-15 : Les terpènes et terpenoïdes isolés du bois de résineux et de feuillus..... 12

Figure I-16: Graisses et cires isolés de différents bois..... 12

Figure II-1 Forêt d'Akfadou..... 1

Figure II-2: Arbre de chêne zeen 2

Figure II-4 : étapes de préparation des échantillons 3

Figure II-3 : Arbre de chêne afares 3

Figure II-5 : Échantillons à analyser 4

Figure 6: Différentes étapes de détermination du taux d'humidité 5

Figure II-7: Différentes étapes de mesure de taux de cendre..... 7

Figure II-8 : étapes de l'extraction solide/liquide par un solvant dans un solide végétal ..8

Figure II-9: Différentes étapes de l'extraction des composés phénoliques 9

Figure II-10 : Les étapes de dosage des polyphénols..... 10

FigureII-11: Technique du dosage de cellulose.....	12
Figure II-12 Les différentes étapes d'extraction de la lignine	14
Figure II-13: Spectromètre Proche Infrarouge ; Spectromètre Nicolet iS FT-IR.....	15
Figure II-14: MEB PHULIPS XL 20	16
Figure III-1 Histogramme de taux d'humidité.....	30
Figure III-2 Histogramme de taux de cendre	31
Figure III-3: Courbe étalonnage d'acide gallique à 0.5g/L.....	32
Figure III-4 Histogramme de taux de phénols totaux.....	33
Figure III-5 Histogramme de taux de cellulose.....	34
Figure III-5 Histogramme de taux de lignine.....	34
Figure III-7: Spectre IR des différentes fibres du bois	35
Figure III-8 :Microstructure MEB	37

SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des figures et tableaux

Chapitre I : Généralité sur le bois

1 Introduction	1
1.1 Définition du bois	2
1.2 Structure anatomique du bois	2
1.2.1 Aspect macroscopique.....	2
1.2.2 Aspect microscopique du bois.....	5
1.2.2.1 Le plan ligneux des résineux	6
1.2.2.2 Le plan ligneux des feuillus	
1.3 La structure d'une cellule fibreuse	6
1.3.2 Paroi primaire	6
1.3.3 Paroi secondaire.....	7
1.4 Composition chimique.....	7
1.4.1 La cellulose	8
1.4.2 Hémicelluloses	10
1.4.3 Lignine.....	10
1.4.4 Les extractibles.....	11
1.4.4.1 Les composés phénoliques.....	12
1.4.4.2 Terpènes (et terpénoïdes)	12
1.4.4.3 Cires et graisses.....	13
1.4.5 Cendres	13
1.5 L'eau dans le bois.....	13

L'eau liée	14
L'eau libre.....	14
Chapitre II: Méthode et matériels	
2.1Présentation de la zone d'étude (forêt d'Akfadou).....	15
2.2 Matériel végétal.....	15
2.2.1 Chêne zeen.....	15
2.2.2 Chêne afares (quercus afares).....	16
2.3 Préparation des échantillons.....	17
2.3.1 Les différents échantillons à analyser.....	17
2.4 Les caractéristiques physiques des fibres de bois.....	18
2.4.1 Mesure de taux d'humidité	18
2.5 Les caractéristiques chimiques.....	19
2.5.1 Détermination du taux de cendres.....	19
2.5.2 Les composés phénoliques.....	20
2.5.2.1 Extraction des polyphénols totaux.....	21
2.5.2.2 Dosage des polyphénols totaux	22
2.5.2.3 Réalisation de la courbe d'étalonnage.....	24
2.5.3 Dosage de la cellulose.....	24
2.5.4 Extraction de la lignine avec un détergent acide (ADL selon Van Soest).....	25
2.5.5 Les analyses des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SINR)	27
2.6.Caractéristique anatomique	28
2.6.1 Microscopie Electronique à balayage (MEB).....	28
Chapitre III: Résultats et discussion	
3.1 Caractérisation physico chimique des fibres de bois.....	30
3.1.1 Caractérisation physique.....	30
3.1.1.1 Taux d'humidité :	30
3.2 Caractérisation chimiques	31

3.2.1 Taux de cendre :	31
3.2.2 Détermination des taux de phénols totaux dans le bois de chêne zéen et chêne afare	32
3.2.3 Détermination de taux de cellulose ($\epsilon\%$).....	33
3.2.4Détermination de taux de lignine ADL (%).....	34
3.2.5 Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR)	35
3.3 Caractérisation anatomique	37
3.3.1 Microscopie électronique à balayage (M.E.B.)	37
Conclusion.....	39
Références	43
Annexes	
Résumé	



Introduction

La forêt couvre aujourd'hui environ 4000 millions d'hectares, soit 30% de la surface totale des terres émergées. La surface forestière par habitant est de 0.62 ha en moyenne. La superficie forestière mondiale poursuit un lent déclin, bien que le reboisement de zones tempérées compense de plus en plus la déforestation des forêts tropicales [1].

Le bois est un matériau composite naturel, composé de fibres de structure complexe. Ces fibres sont constituées de cellulose de structure cristalline et fibreuse, enrobées de deux types de polymères amorphes : la lignine et les hémicelluloses. Il contient également une petite quantité de 2 à 5% en masse de composés organiques de faibles masses moléculaires et de structures très variées. Ces composés, principalement des composés phénoliques, sont désignés en tant qu'extractibles du bois [2].

Depuis plusieurs années, le matériau bois suscite un grand intérêt quel que soit son domaine d'utilisation : ameublement, construction, énergie. Le bois est un matériau ancien et naturel doté de nombreux atouts [3].

Aujourd'hui, les avis sur la qualité du bois de chêne sont variables et parfois contradictoires. La majorité des forestiers considèrent, sans argument scientifique, le bois de chêne comme étant de qualité médiocre et lui accordent très peu d'intérêt.

C'est dans le contexte de cette problématique que s'inscrit ce travail. Notre but est de caractériser les propriétés physique-chimiques du bois de cette essence.

Le but de notre étude est l'élaboration des fiches techniques des bois de chêne zeen et le chêne afares par une caractérisation physico-chimiques des fibres ligneuses afin de les valoriser dans un but agraire. Pour effectuer nos analyses on a intérêt de faire passer nos échantillons dans un broyeur puis les tamiser selon un diamètre de 125um afin d'obtenir des farines, la caractérisation physico-chimiques des fibres a été réalisée par la détermination du taux d'humidité, taux de cendre, taux de cellulose, taux de lignine ainsi que le taux de polyphénols à l'aide de la méthode de spectroscopie à UV. On finira par une caractérisation structurale par spectroscopie proche infrarouge(SPIR) et anatomique des fibres par MEB.

Ce manuscrit est présenté sous forme de trois parties distinctes mais complémentaires.


Le premier chapitre s'articule sur la bibliographie du bois et commence par sa structure anatomique partant de la macro à la microstructure, puis nous rentrons dans sa composition physico-chimiques et on finira par la répartition de l'eau dans les cellules qui le constitue.

Le deuxième chapitre s'attachera à décrire l'expérimentation visant à définir les objectifs scientifiques à poursuivre. Nous présenteront le matériel végétal, puis nous rappellerons les principes des méthodes expérimentales utilisées ainsi que les protocoles poursuivis.

Le troisième chapitre est consacré à l'interprétation et à la discussion des résultats obtenus tout au long de notre expérimentation.

Le matériel et les techniques expérimentales ainsi que les modes opératoires utilisés pour notre caractérisation ont été décrits dans la partie expérimentale de ce mémoire.

En conclusion, nous récapitulerons les résultats obtenus au cours de cette étude et nous tenterons d'apporter des informations en vue d'améliorer l'utilisation de ces deux feuillus.

A vertical strip on the left side of the page shows a close-up of a wood grain texture, likely oak, with a warm, golden-brown color and a prominent, wavy pattern of growth rings.

Chapitre I

Généralité sur le bois

Le bois est un matériau composite, tant qu'en terme structural qu'au niveau de sa composition chimique. Sa structure est cellulaire et poreuse. Employé par l'homme depuis longtemps, son usage a influencé l'évolution des civilisations. Ses nombreuses qualités le rendent incontournable éternel et source d'innovations [4].

On présentera dans ce premier chapitre un aperçu bibliographique sur le bois en général, on se focalisera sur sa structure anatomique qui nous permettra d'apprendre à reconnaître le bois à deux échelles différentes microscopique et macroscopique, on s'intéressera aussi sur sa composition chimique qui nous permettra de connaître les multiples macromolécules qui constituent la paroi cellulaire végétale.

1.1 Définition du bois

Le bois est un ensemble de tissus de consistance plus au moins dure, formant la masse principale du tronc, des branches et des racines d'un arbre. C'est un matériau organisé et hétérogène, dont la formation s'étend sur des nombreuses années. Il est défini aussi comme un agrégat anisotrope de tissus d'origine secondaire résultant d'un fonctionnement d'un méristème appelé le cambium. [5]

1.2 Structure anatomique du bois

Le bois est une matière fibreuse que l'on peut distinguer selon deux échelles ; **macroscopique** ou on étudie l'agencement du tronc du bois, **microscopique** ça correspond à l'étude des macromolécules qui contiennent la paroi cellulaire.

1.2.1 Aspect macroscopique

C'est l'étude par observation à l'œil qui permet de comprendre la vie de l'arbre et de juger la qualité du bois.

Un tronc d'arbre est constitué de plusieurs parties (**figure I-1**). En partant de l'extérieur vers l'intérieur, on trouve : l'écorce, le cambium, l'aubier, le duramen et la moelle.

Le tronc d'un arbre est constitué de bois, d'écorce et d'une couche mince située entre le bois et l'écorce, appelée cambium (Figure I-1). La fonction de cette couche est de produire les cellules du bois et de l'écorce. Le cambium est la partie la plus importante de l'arbre. En effet, les cellules mères qui y sont présentes participent chaque année à son développement par division cellulaire. Il donne naissance au liber vers l'extérieur et au bois d'aubier vers l'intérieur du tronc [4].

Au milieu du tronc **se situe la moelle** qui est constitué d cellules mortes ou se trouvent les substances nutritives essentiels à la croissance de jeune arbre.

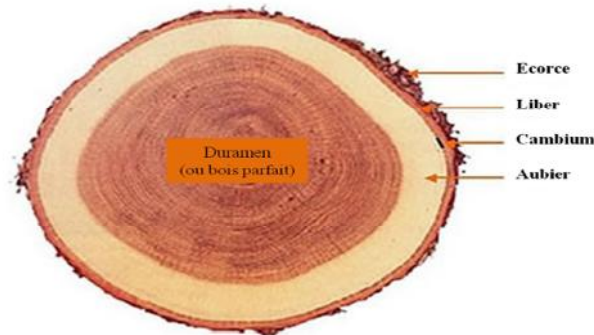


Figure I-1 : Anatomie macroscopique du bois [4].

Le mode de croissance de l'arbre fait du bois un matériau orienté dans lequel on distingue trois directions (**Figure I-2**) :

- **Direction longitudinale (L)** : l'axe du tronc.
- **Direction tangentielle (T)** : tangente aux cernes de croissance.
- **Direction radiale (R)** : perpendiculaire aux axes L et T et elle passe par le centre biologique de l'arbre.

Ces 3 directions de référence permettent de définir 3 plans de référence :

- **Plan transversal** : plan de coupe perpendiculaire à l'axe de l'arbre (bois debout).
- **Plan radial** : plan de coupe parallèle aux rayons ligneux et perpendiculaire aux cernes du bois.
- **Plan tangentiel** : plan de coupe perpendiculaire aux rayons ligneux et parallèles aux cernes du bois.

Les repères dans l'espace dans les directions axiale (L), radiale (R) et tangentielle (T) sont importants pour l'étude du bois, car ce dernier est un matériau anisotrope. Autrement dit, les propriétés physiques et mécaniques du bois diffèrent selon la direction étudiée [39].

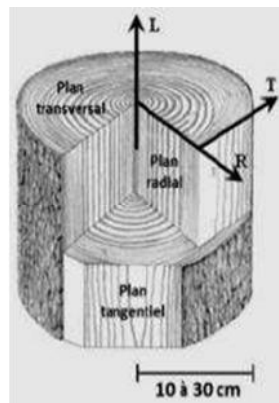


Figure I-2 : Les trois directions principales du bois

1.2.2 Aspect microscopique du bois

L'anatomie du bois des feuillus est un peu complexe par rapport à celle des résineux.

1.2.2.1 Le plan ligneux des résineux

Les résineux ont une structure anatomique simple composée principalement de cellules longitudinales (**Figure I-3**) : les trachéides.

Les trachéides du bois de printemps possèdent de nombreuses ponctuations aréolées leur permettant l'échange de différentes substances. Les trachéides du bois d'été ont une paroi plus épaisse et remplissent d'avantage une fonction de soutien. Dans la structure des résineux on retrouve aussi des cellules de parenchyme en orientation axiale et radiale qui permettent le stockage de substances nutritives. Enfin, chez certains résineux on trouve des canaux résinifères en direction axiale, radiale ou les deux. [7].

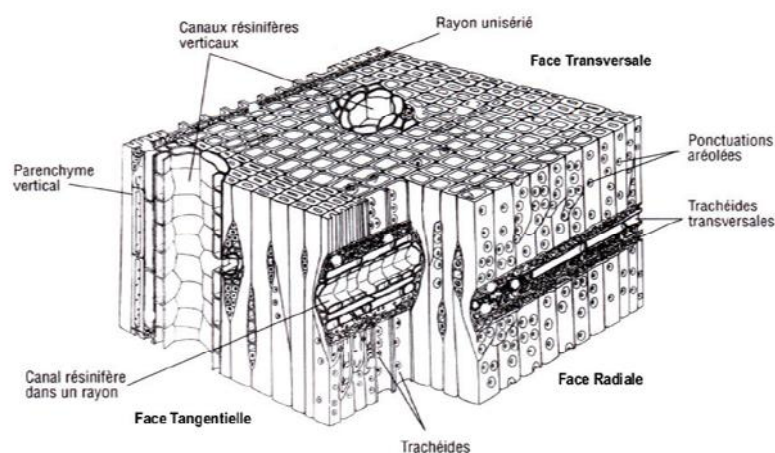


Figure I-3 : vu microscopique du bois des résineux [22]

1.2.2.2 Le plan ligneux des feuillus

Les feuillus présentent un plan ligneux plus différencié (**Figure I-4**). L'ensemble du tissu se compose en grande partie de fibres orientées axialement ayant une fonction de soutien. Ces fibres ont une paroi plus épaisse que celles des trachéides. L'épaisseur de la paroi est variable selon les essences leur donnant ainsi chacune une densité spécifique. Les vaisseaux assurent la fonction de conduction chez les feuillus. Lorsque ces vaisseaux ont environ la même taille et sont répartis de façon homogène dans la cerne, on parle de bois à pores diffus; s'ils sont plus nombreux au bord de la limite de cerne, on parle de bois à zone initiale poreuse. Ici aussi, les cellules axiales et radiales des parenchymes assurent la fonction de stockage des substances nutritives [4].

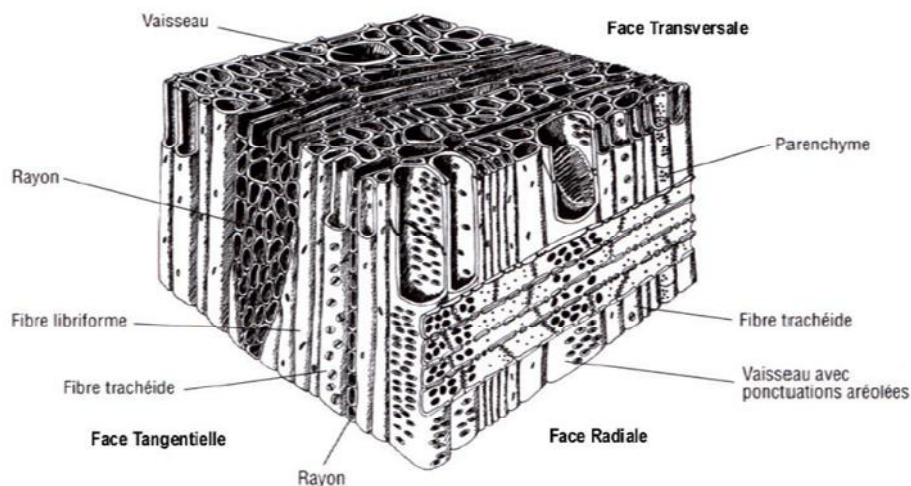


Figure I-4 : vue microscopique des feuillus [22]

1.3 La structure d'une cellule fibreuse

Afin d'établir le lien entre la structure cellulaire du bois et les macromolécules, il convient d'examiner plus en détail la constitution des parois cellulaires du bois. Le plan ligneux est constitué de nombreuses cellules, la cellule elle-même se décompose en plusieurs couches cellulaires ; couche intercellulaire, couche primaire et couche secondaire (**figure I-5**).

Chacune de ces trois couches contient également de la lignine et des hémicelluloses.

1-3-1 Paroi intercellulaire : appelé aussi la lamelle mitoyenne, apparaît après la division de la cellule mère, son épaisseur varie entre 0.5 et 1.5 permet de lier les cellules les unes aux autres, elle possède une quantité très importante de lignine [4].

1-3-2 Paroi primaire : son épaisseur est environ de 0.1 μm elle est très mince ; elle contient aussi de la lignine, elle contient également des microfibrilles de cellulose enchevêtrées, formant

un réseau poreux. Il est souvent difficile de différencier la paroi primaire de la couche intercellulaire [4].

1-3-3 Paroi secondaire : couche épaisse, dense et rigide constituée de micros fibrilles de cellulose alignées parallèlement entre elles et disposées en hélice [4].

Selon l'orientation des micros fibres trois sous-couches sont apparentes :

Couche externe S1 : qui est de 0.1 à 0.35 μm d'épaisseur, les microfibrilles de cellulose forment un angle de 60 à 80° avec l'axe longitudinal [4].

Couche centrale S2 : constitue la partie la plus volumineuse de la paroi, représente 80% de l'épaisseur total de la paroi cellulaire elle varie de 1 à 10 μm d'épaisseur, les microfibrilles de cellulose forment un angle de 5 à 30° avec l'axe longitudinal [4].

Couche interne S3 : qui est de 0.5 à 1.1 μm d'épaisseur, les microfibrilles de cellulose forment un angle de 60 à 90° par rapport à l'axe longitudinal [4].

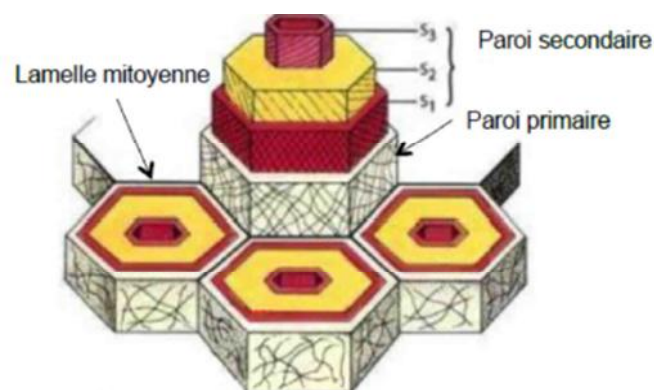


Figure I-5 : Structure d'une paroi cellulaire [21]

1.4 Composition chimique

Le bois est constitué principalement de cellulose, hémicelluloses et lignine. À ces trois constituants, viennent s'ajouter des substances extractibles de nature organique et des substances minérales (cendres).

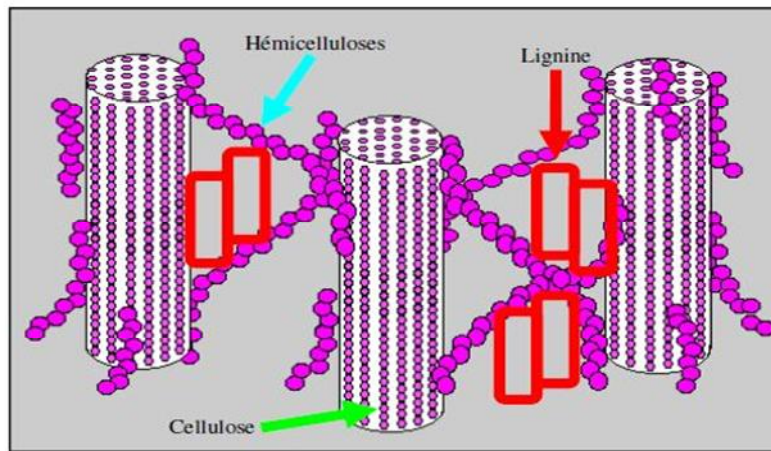


Figure I-6 : Eléments constitutifs de la matière ligneuse [16]

1.4.1 La cellulose

La cellulose est le constituant principal de la masse végétale. Ce polymère linéaire de glucose présente est à l'état presque pur (>90%) dans la fibre de coton. Il est aussi, avec de la lignine, l'un des constituant essentielle du bois (50%) [6]. Selon Willtatter et Zechmeister (1913) la formule brute exacte de cette macromolécule est $(C_6H_{10}O_5)_n$.

La cellulose est le constituant structural principal des parois cellulaires végétales. C'est un homopolymère, dont l'unité de base est le glucose, ou plus exactement un dimère du glucose, le cellobiose. Les unités sont liées entre elles par des liaisons glycosidiques (**Figure I-7**). Le degré de polymérisation (en glucose) peut atteindre 15000. [7]

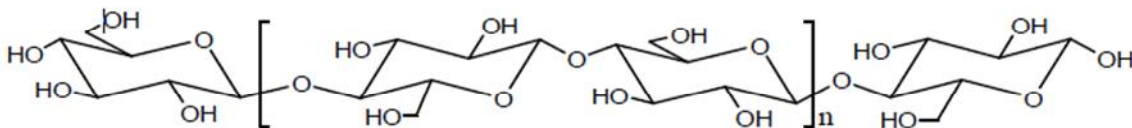


Figure I-7 : Formule chimique de la cellulose [4]

Les liaisons hydrogènes qui s'établissent le long et entre les chaînes cellulosiques sont à la base des bonnes propriétés des fibres cellulosiques [9].

Les nombreux groupements hydroxyles ($-OH$) sont responsables du comportement physicochimique de la cellulose. Ainsi, selon leur position dans l'unité de glucose, deux types Les liaisons hydrogènes peuvent être établi :

Des liaisons intramoléculaires, entre deux fonctions hydroxyles adjacentes présentes dans la même chaîne de cellulose, stabilisant la cellulose dans son orientation linéaire ce qui lui confère une certaine rigidité ;

Des liaisons intermoléculaires, entre deux fonctions hydroxyles issues de deux chaînes adjacentes, qui relient plusieurs macromolécules et les maintiennent disposées parallèlement (figure I-8)[11 ; 12].

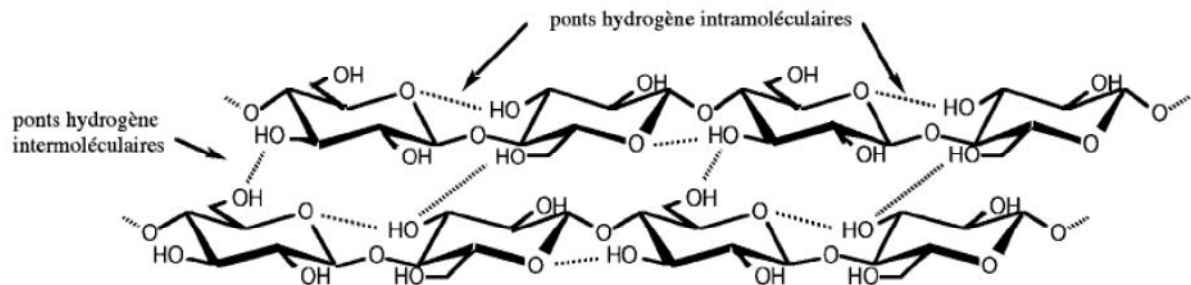


Figure I-8 : Liaisons hydrogènes inter et intramoléculaires entre deux macromolécules [7]

A l'intérieur de la fibre, les chaînes cellulosiques sont réunies en micro fibrilles qui en s'agglomérant forment des fibrilles sur plusieurs couches. [8]

Les liaisons hydrogènes qui s'établissent le long et entre les chaînes cellulosiques sont à la base des bonnes propriétés des fibres cellulosiques [9]. Ce sont ces différences, constitutives ainsi qu'anatomiques, qui vont donner la grande variabilité des propriétés physico-mécaniques des fibres naturelles. [10]

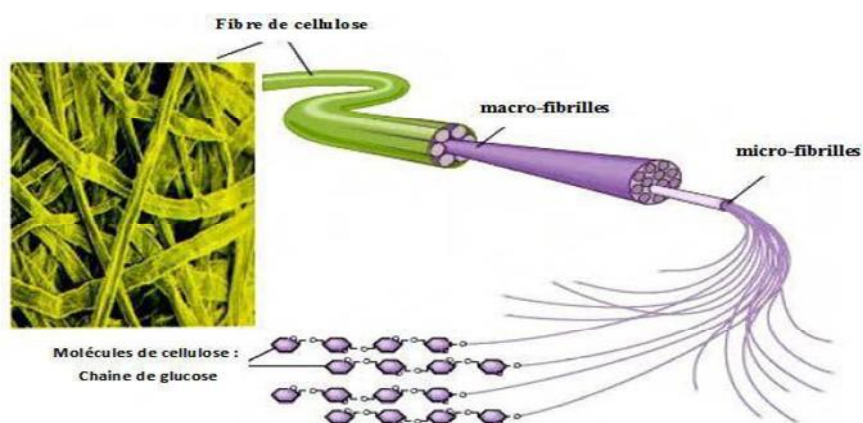


Figure I-9 : Structure d'une fibre cellulosique [14]

L'association de nombreuses chaînes de cellulose favorise l'établissement d'un état solide ordonné, partiellement cristallin et permet la formation d'un édifice plus complexe : les micro

fibrilles. Les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes, au contraire totalement désordonnées (**Figure I-10**) [12].

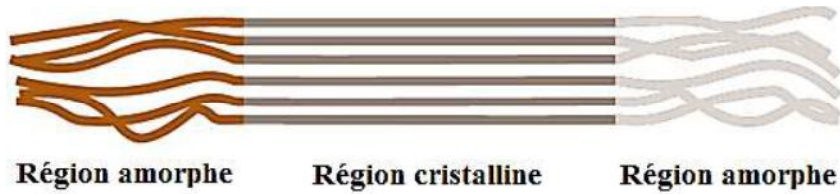


Figure I-10 : Représentation des microfibrilles constituant la fibre de la cellulose [13]

1.4.2 Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polymères amorphes ramifiés constitués de polysaccharides correspondant à différents résidus de sucres. Les principaux polysaccharides qui les composent sont des pentoses, hexoses, acides hexuroniques et déoxy-hexoses dont les formules chimiques sont données ci-après (**Figure I-11**). Avec la cellulose, elles constituent la paroi cellulaire chez les végétaux [17].

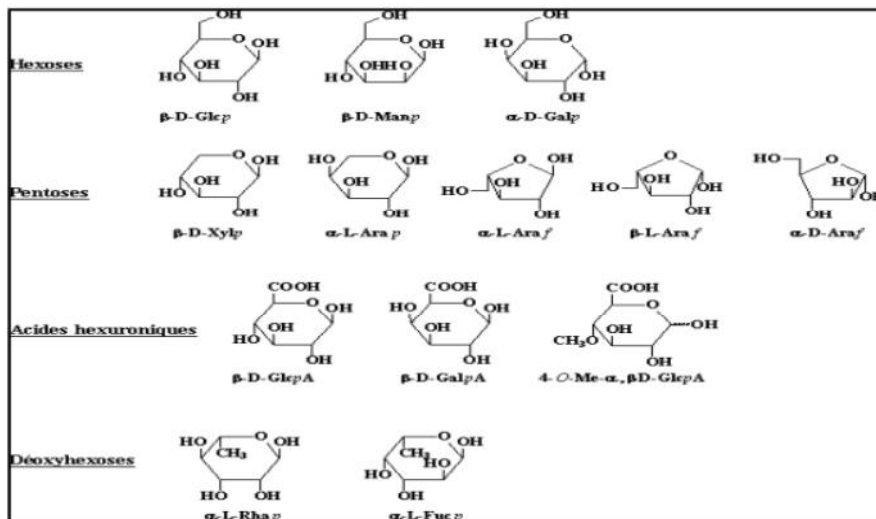


Figure I-11 : Les principaux monosaccharides composant les hémicelluloses [17]

1.4.3 Lignine

La lignine est la substance organique la plus abondante dans les plantes. Elle est chimiquement très différente de la cellulose et des hémicelluloses. C'est un polymère tridimensionnel, amorphe et de nature phénolique, qui assure la rigidité de la paroi cellulaire [4]

Dans le bois, la lignine est biosynthétisée à partir de trois alcools phénoliques : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique. La polymérisation de ces trois alcools conduit respectivement à trois types d'unités dans la lignine : H pour parahydroxyphényle, G

pour guaiacyle, S pour syringyle. Les lignines des résineux et des feuillus se différencient alors par leur teneur en unités G, S et H (essentiellement G chez les résineux, G-S chez les feuillus). La variabilité de la composition est plus grande chez les feuillus, la teneur en unités G-S varie entre 20 et 60 %.(**Figure I-12**) présente la structure schématisée d'une lignine de résineux [4].

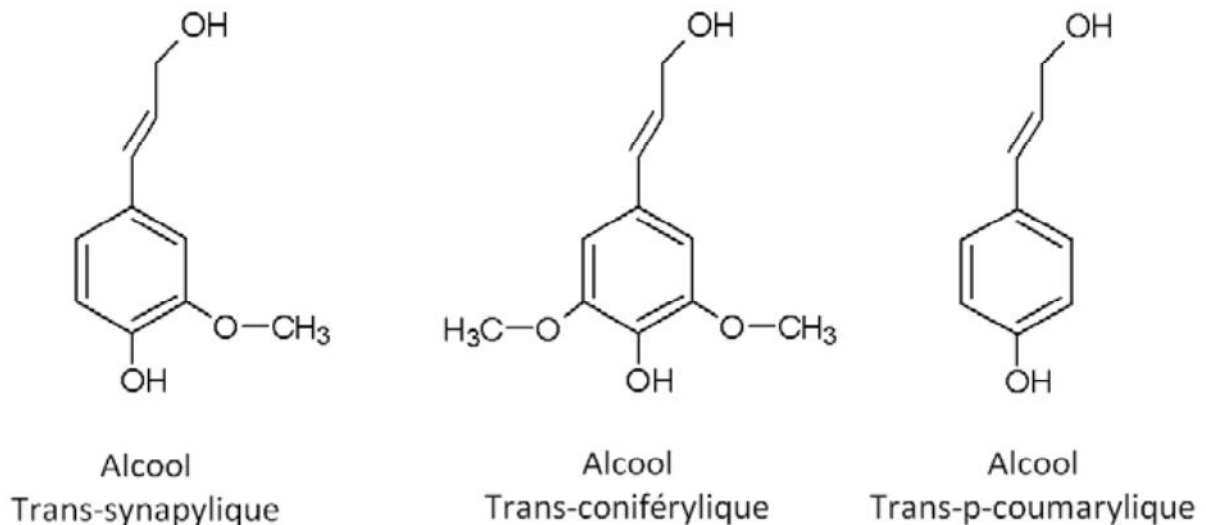


Figure I-12 : Principaux monomères de la lignine [14]

La lignine est peu sensible à la dégradation biologique et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires [21].

La cellulose et l'hémicellulose sont associées par des liaisons hydrogènes par contre la cellulose et la lignine par des liaisons covalentes ce qui facilite leurs rupture (**figureI-13**).

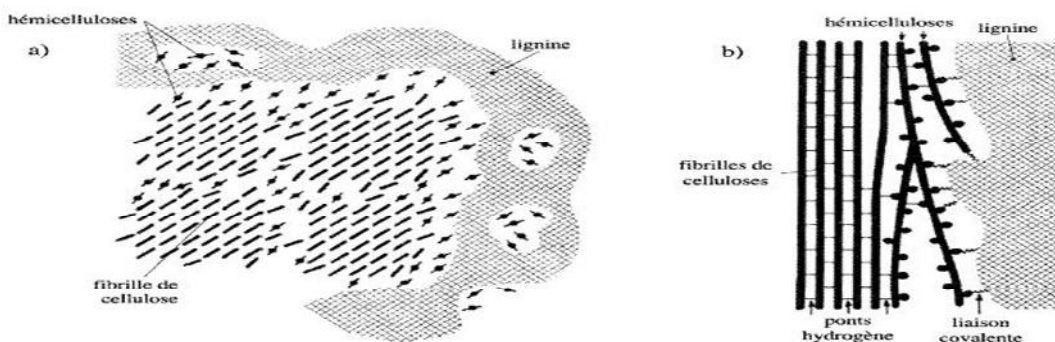


Figure I-13 : Association de la lignine et les polysaccharides du bois anhydre [15]

1.4.4 Les extractibles

Les extractibles représentent 0 à 10% de la matière sèche, les extractibles doivent leur nom à leur grande solubilité dans les solvants naturels. Leurs proportions et leurs compositions varient d'une espèce à une autre ainsi qu'entre les différentes parties d'un même arbre. On peut les séparer en trois groupes : les composés aliphatiques, les terpènes et les composés phénoliques. Ces extractifs pigmentent le bois parfait, lui donnent un parfum et augmentent sa résistance à la pourriture. Ils sont en outre toxiques et limitent ainsi la prolifération d'insectes et de champignons [18, 7].

1.4.4.1 Les composés phénoliques

On retrouve dans cette famille les composés phénoliques simples, comme la vanilline (Figure I-14), les lignanes, les stilbènes, les tanins condensés ou hydrolysables et les flavonoïdes [19].

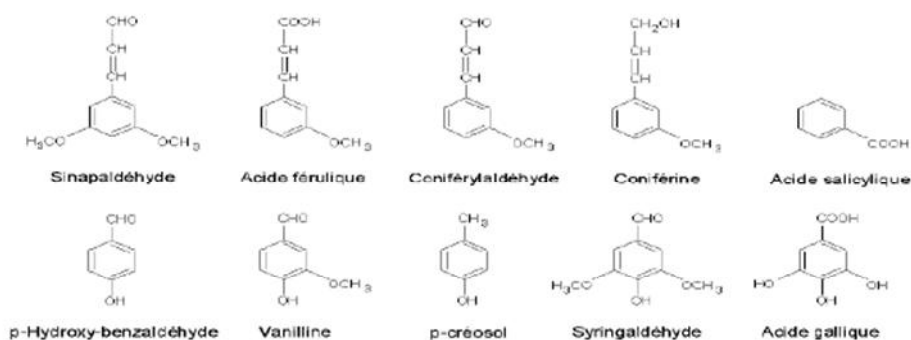


Figure I-14 : Composés phénoliques simple isolés du bois feuillu et résineux [19]

1.4.4.2 Terpènes (et terpénoïdes)

Une partie de ces extraits est également appelée gomme. Ce sont des composés constitués, en grande partie, d'hydrogène et de carbone. Ces extraits se différencient par le nombre de carbone constituant leur squelette (Figure I-15): monoterpène C10, sesquiterpènes C15, diterpènes C20, sesterpènes C25, triterpènes C30. Contrairement au résineux, où l'ensemble de ces terpènes sont présents, dans le cas des feuillus, on ne retrouve uniquement que les triterpènes [19].

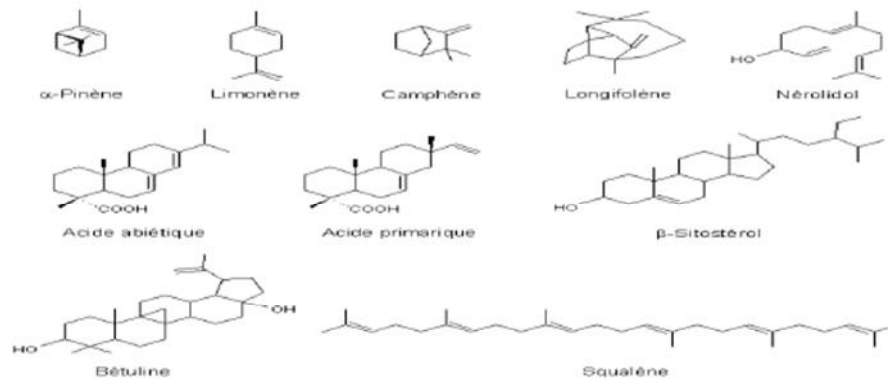


Figure I-15 : Les terpènes et terpenoïdes isolés du bois de résineux et de feuillus [19]

1.4.4.3 Cires et graisses

Cette dernière classe d'extraits regroupe les composés aliphatiques (**Figure I-16**) Tels que les acides gras saturés et insaturés (triglycérides et diglycérides), les alcanes et les alcools gras (par exemple, l'acide oléique et l'acide stéarique) [19].

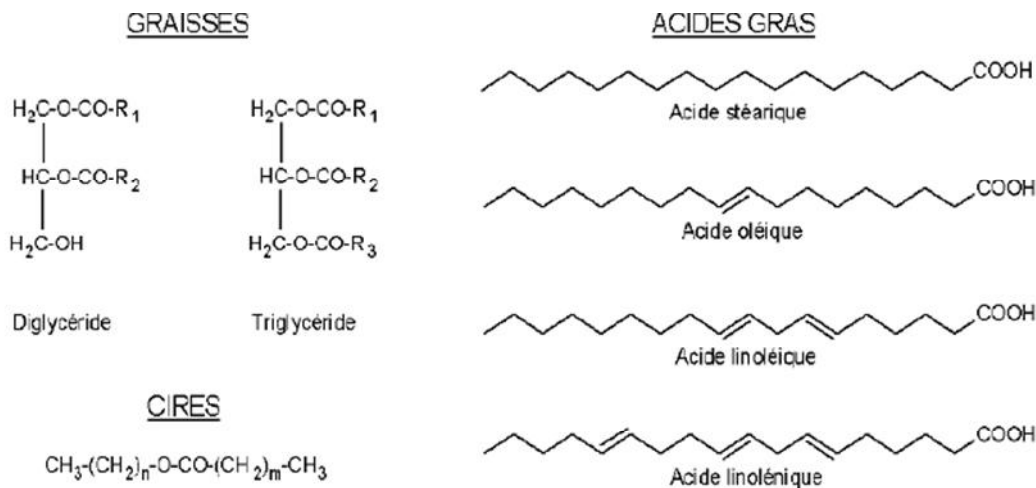


Figure I-16 : Graisses et cires isolés de différents bois [19]

1.4.5 Cendres

Ce sont les résidus minéraux obtenus après combustion du bois à haute température. Ils représentent généralement moins de 1 % de la masse sèche du bois en zone tempérée, ce pourcentage étant souvent supérieur en zone tropicale [4].

1.5 L'eau dans le bois

Le bois est constitué de l'eau ; cette dernière est répartie en 3 formes

L'eau de constitution: c'est un constituant à part entière du bois. Elle se compose de groupements hydroxyles ($-\text{OH}$) libérés sous forme d'eau par réaction chimique, pyrolyse ou combustion [21].

L'eau liée: elle est directement fixée aux polymères de structure par des forces intermoléculaires (mécanisme de sorption). La sorption peut aller de la physisorption (interactions électrostatiques entre les molécules d'eau et la surface du bois) à la chimie sorption (liaisons hydrogènes entre les atomes d'oxygène et d'hydrogène des molécules d'eau et des groupements hydroxyles des polysaccharides). Cette fraction d'eau est responsable des variations dimensionnelles du bois [21].

L'eau libre: elle vient combler tous les pores du bois, en particulier le lumen. Elle est simplement retenue par capillarité et n'intervient pas dans les variations dimensionnelles du matériau [21].



Chapitre II

Méthodes et matériels

Le but de cette partie expérimentale est de comparer et caractériser les propriétés physico-chimiques ainsi qu'anatomiques des fibres ligneuses du bois de Chêne zèen et chêne afares. Cette étude nous permettra d'élaborer une fiche technique de Chêne zèen et chêne afares qui contiendra leurs propriétés physico-chimiques

2.1 Présentation de la zone d'étude (forêt d'Akfadou)

Le massif forestier d'Akfadou est situé en grande partie à l'intersection de deux chaînes montagneuses : la chaîne côtière et celle du Djurdjura. Il est distant du chef lieu de wilaya de TIZI-OUZOU de 50 km et de la mer méditerranée à moins de 20 km à vol d'oiseau.

La forêt d'Akfadou s'étend sur 11000 ha, soit 18% de la chênaie caducifoliée de l'Algérie. Elle est sous régime domanial, et divisée en deux parties : l'Akfadou Ouest et l'Akfadou Est, dépendant respectivement de la wilaya de TIZI-OUZOU (4600ha) et de Bejaia (6400ha) [23].

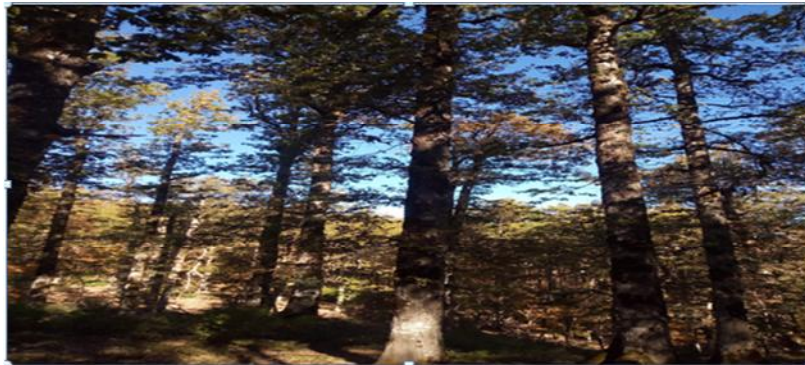


Figure II-1 : Forêt d'Akfadou (originale 2020)

2.2 Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans notre étude est : le bois de chêne zeen (*quercus canariensis willd*) et le chêne afares (*quercus afares*) appartenant à la famille des feuillus, récoltés durant les années 2016 et 2017 de la région d'Akfadou.

2.2.1 Chêne zeen

Le chêne zeen (*quercus canariensis willd*) est un arbre qui pousse spontanément dans les régions tempérées à subtropicale de l'hémisphère Nord, avec une incursion en Indonésie, mais aussi les forêts tropicales d'altitude. Dans des forêts situées en Kabylie, on trouve des arbres âgés de plus 550 ans et dont la circonférence peut atteindre huit mètre. En Algérie le chêne zeen occupe 65000 hectares, soit 6,5 de la surface totale boisée [24].

Le chêne zeen (*quercus canariensis willd*) se distingue par rapport aux bois de chênes méditerranéens et européens par sa faible anisotropie, caractère indicateur de la

stabilité dimensionnelle de son bois, il possède un bois très dur et très dense. La résistance aux chocs est excellente. L'aubier est souvent attaqué par les champignons, il ne résiste pas aux termites et autres attaques de parasites [25].



Figure II-2 : Arbre de chêne zeen [originale 2020]

2.2.2 Chêne afares (*quercus afares*)

Le chêne afares abonde sur quelques lignes de crête, les versants sud et sud-ouest et les terrains caractérisés par des sols plus ou moins argileux. Le plus souvent, il est situé au-dessous de 1 250 m d'altitude [25].

L'écorce de chêne afares est épaisse et très rugueuse, de couleur gris-brun. Ensuite, ils deviennent glabres et laissent apparaître des lenticelles saillantes. Ces Feuilles alternes, tardivement caduques, simples, oblongues à ovales oblongues, longues de 6 à 12 cm et larges de 4 à 8 cm, cependant cette essence reste tjrs protégée par l'INRF [26].



Figure II-2 Arbre de chêne afares [originale, 2020]

2.3.1 Préparation des échantillons

Les différents échantillons du bois (chêne zeen, chêne afares et leurs écorces) sont des poudres très finement broyées et tamisées.

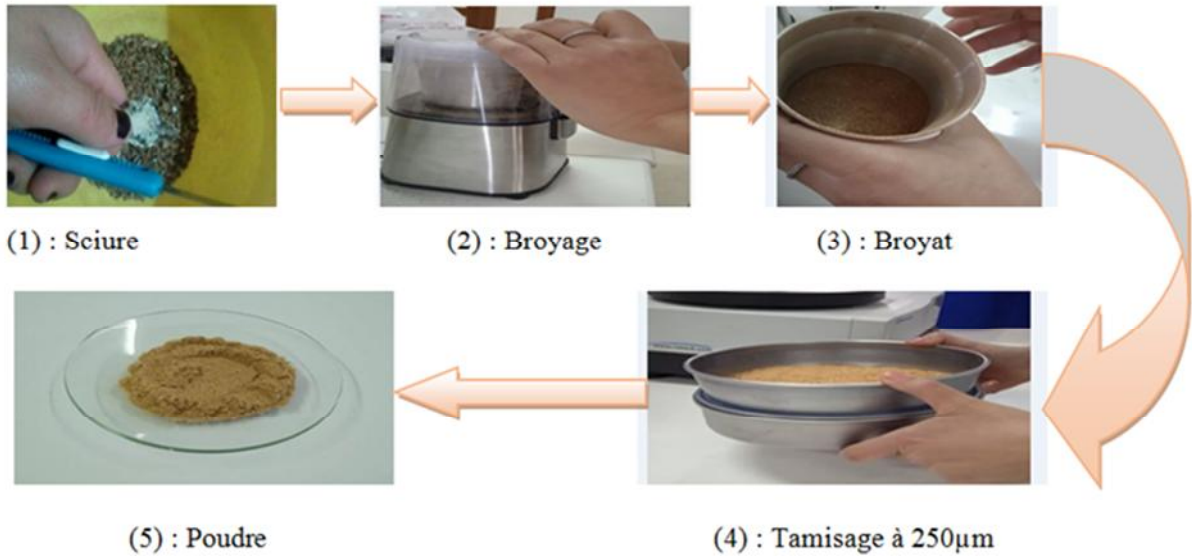


Figure II-3 : Différentes étapes de preparation des echantillons [originale, 2020

2.3.1.1 Les différents échantillons à analyser



Figure II-4 : Echantillons à analyser [Originale, 2020]

2.4 Les caractéristiques physiques des fibres de bois

2.4.1 Mesure de taux d'humidité

Le bois contient une certaine quantité d'eau, soit liquide et libre dans l'intérieur des cellules, soit retenues par les parois cellulaires.

Le taux d'humidité ou le pourcentage d'eau contenue dans le bois est mesuré par la pesée des échantillons avant et après l'étuvage à 105° pendant 24h afin d'éliminer la quantité d'eau retenue.

Le taux d'humidité est donné en pourcentage pondérale par l'expression suivante :

$$\text{TH (\%)} = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_0} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

m_0 : la tare du creuset (en g) ;

m_1 : la masse du creuset et la prise d'essai avant étuvage ;

m_2 : la masse du creuset et le résidu après étuvage.

Il existe de nombreuses méthodes de détermination du taux d'humidité, parmi ces méthodes on a celle de la mesure par différence de masses qui est la plus fiable pour la déterminer.

La norme française (NF B 51-004 février 1942) préconise de mesurer la masse anhydre d'un échantillon après séchage à 103±2°C jusqu'à obtention d'une masse constante [27].

Pour effectuer cette expérience, nous avons suivi la méthode décrite ci-dessous.

Mode opératoire

- Peser les creusets à vide et noter m_0 ;
- Peser 2g de chaque échantillon de diamètre 125µm ;
- Introduire les échantillons dans les creusets et les numéroter puis prendre la masse m_1 ;
- Placer les creusets dans une étuve à 105°C pendant 24h dans le but d'obtention des échantillons anhydres ;
- Sortir les échantillons de l'étuve et les laisser refroidir dans un cristalliseur ;
- Peser les échantillons à nouveaux et noter m_2 ;
- Calculer le taux d'humidité (TH).

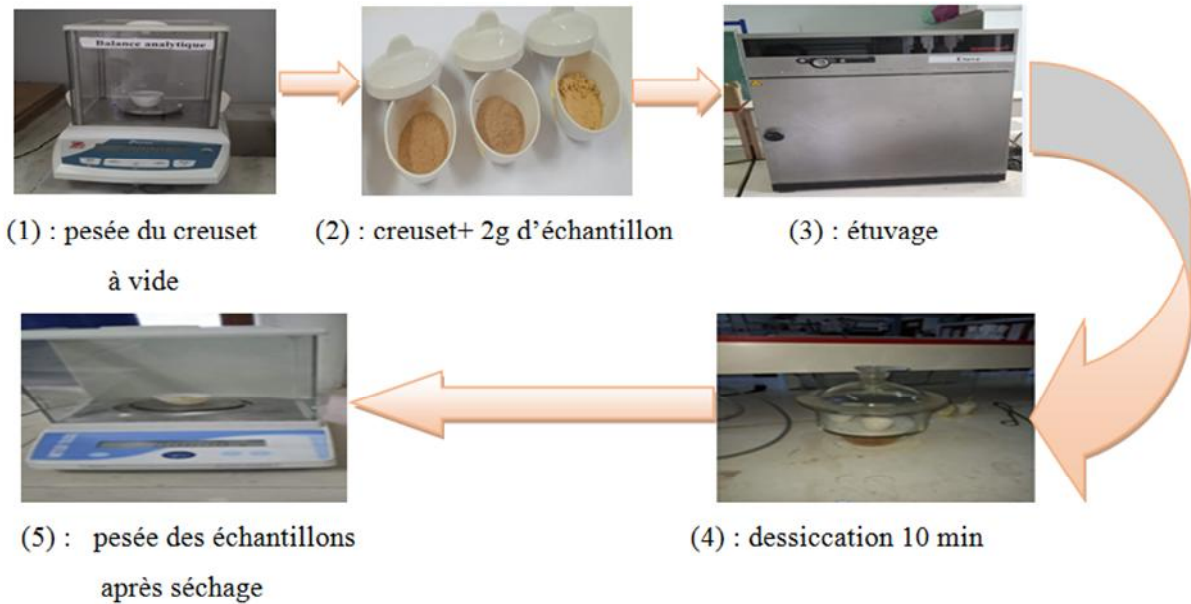


Figure II-6: Différentes étapes déterminations du taux d'humidité [Original, 2020]

2.5 Les caractéristiques chimiques

2.5.1 Détermination du taux de cendres

Les composés minéraux du bois sont entièrement contenus dans les cendres. Bien que le pourcentage de ces constituants soit faible (<1 % de la masse sèche), ils sont cependant indispensables à la croissance de l'arbre. Les composés minéraux les plus abondants sont le phosphore, calcium, le potassium et le magnésium (1).

Le taux de cendre et le résidu en sel minéraux et en matières inorganiques obtenu après combustion de la farine à une température égale à $575 \pm 25^\circ\text{C}$ [1].

Le pourcentage en cendre est exprimé selon la formule suivante :

$$W (\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

m_0 : tare de creuset vide(g)

m_1 : masse du creuset et de l'échantillon avant la calcination(en g)

m_2 : masse du creuset et de l'échantillon après la calcination(g)

Mode opératoire

- Peser les creusets à vide et noter m_0 ;
- Introduire 2g de chaque échantillon de diamètre $125\mu\text{m}$;
- Peser le creuset + le broyat et noter m_1 ;
- Placer les creusets dans le four à moufle à $T=550^\circ\text{C}$ durant 3h30min ;

- Retirer les creusets du four et les laisser refroidir pendant 10min puis les mettre dans un dessiccateur et laisser refroidir jusqu'à température ambiante ;
- Peser les creusets à nouveaux et enregistrer la masse m_2 .

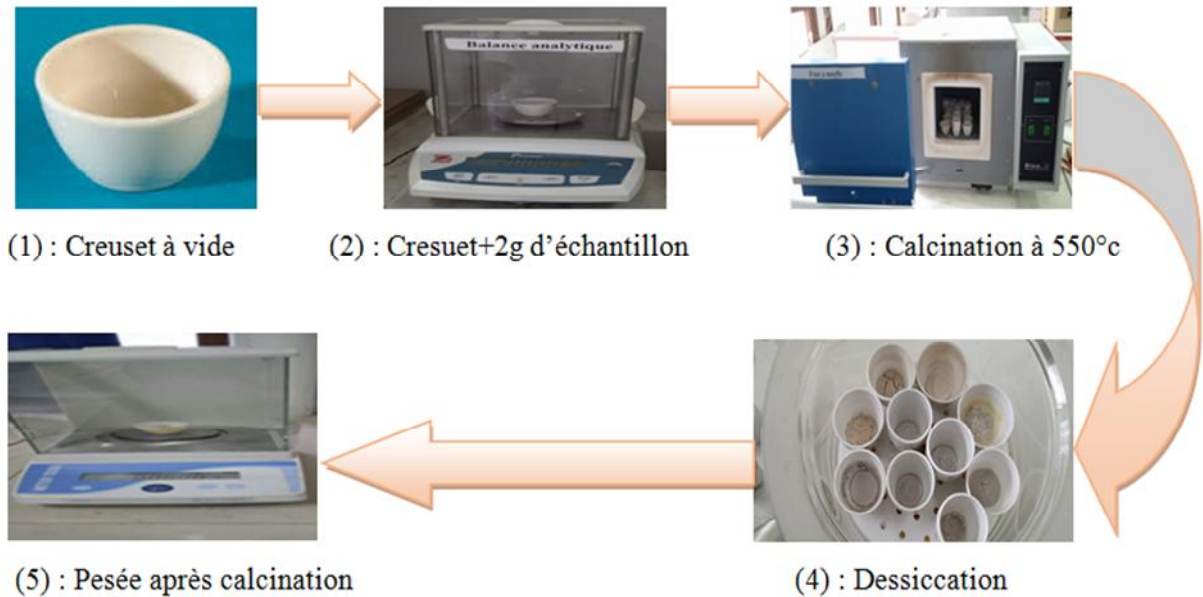


Figure II-5: Différentes étapes de mesure de taux de cendre [Originale, 2020]

2.5.2 Les composés phénoliques

Les composés phénoliques ou polyphénols sont des métabolites secondaires caractérisés par la présence d'un cycle aromatique portant des groupements hydroxyles libres ou engagés avec un glucide. Ils sont présents dans toutes les parties des végétaux supérieurs (racines, tiges, feuilles, fleurs, pollens, fruits, graines et bois) et sont impliqués dans de nombreux processus physiologiques comme la croissance et sont impliqués dans de nombreux processus physiologiques comme la croissance cellulaire, la rhizogenèse, la germination des graines ou la maturation des fruits [29].

Les composés phénoliques jouent un rôle majeur dans les interactions de la plante avec son environnement [30]. Plus de 9000 composés phénoliques naturels sont identifiés [31].

Le terme phénolique est utilisé pour définir des substances qui possèdent au moins un groupement hydroxyle (OH) substitué sur un cycle aromatique. Ce nom provient du composé parent le plus simple : le phénol [32].

2.5.2.1 Extraction des polyphénols totaux

L'objectif de cette extraction est de libérer les polyphénols présents dans des structures vacuolaires par rupture du tissu végétal et par diffusion. Ces derniers sont extraits par extraction liquide-solide en utilisant le méthanol comme solvant.

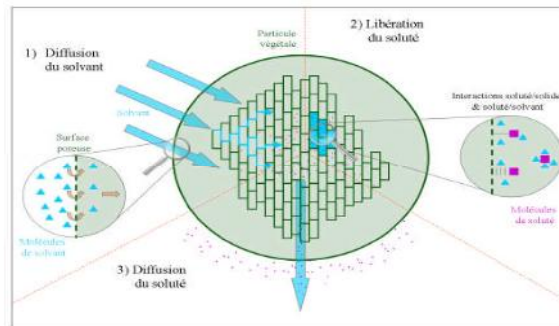


Figure II-6 : Différentes étapes de l'extraction solide/liquide par un solvant dans un solide végétal [33]

Réactifs

- Réactif de Folin-Ciocalteu dilué 10 fois : Pipeter 2.5ml de F.C dans une fiole de 25ml et ajouter de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge ;
- Réactif du Folin-Ciocalteu sans dilution : Prendre 2.5 ml ;
- Méthanol à 80% (80% de méthanol+20% d'eau distillée) ;
- Solution de Na_2CO_3 à 74g/l ;
- Solution d'acide gallique à 0.5g/l (dissoudre 0.5g dans 1L d'eau distillée).

Mode opératoire

- Peser 0,05g de chaque échantillon à l'aide d'une balance de 0.0001de précision ;
- Ajouter 10 ml de méthanol à 80% pour chaque échantillon et les mettre sous agitation pendant 120 min ;
- Filtrer et récupérer les filtrats dans un erlenmeyer fermé.

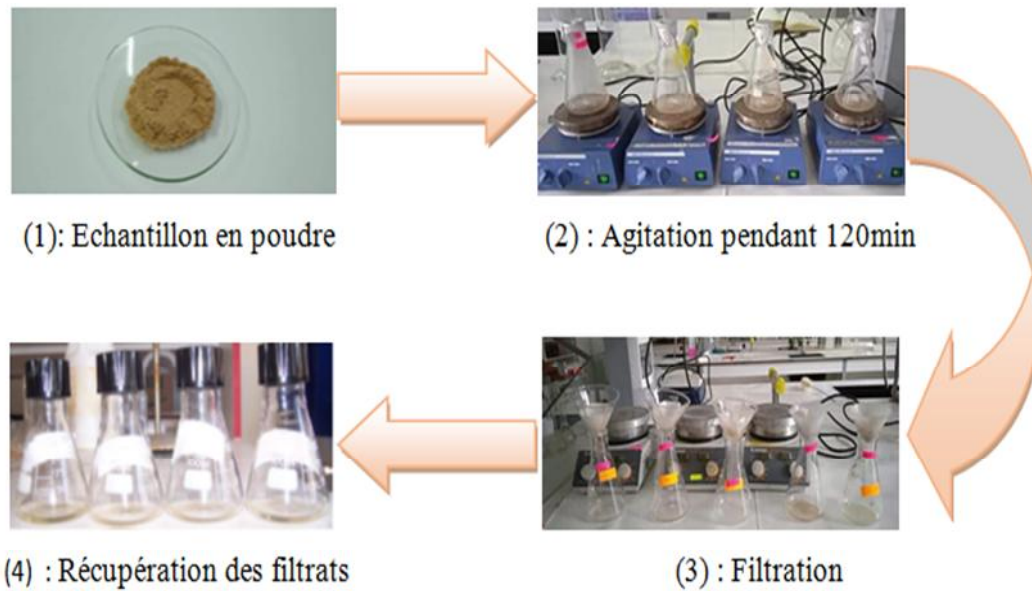


Figure II-7: Différentes étapes de l'extraction des composés phénoliques [Originale, 2020]

2.5.2.2 Dosage des polyphénols totaux

Le but de dosage des polyphénols est de quantifier la concentration totale des groupements hydroxyles contenus dans le filtrat ; ce dosage a été effectué selon la méthode de Folin-Ciocalteu (FC).

Le réactif est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration produite, dont l'absorption maximum est comprise entre 725 et 750 nm est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux [29].

Le dosage des polyphénols a été effectué à l'aide d'un spectrophotomètre à UV visible à une longueur d'onde de 760nm, au niveau de laboratoire de chimie de l'environnement de département de chimie de la faculté des science à UMMTO.

Pour s'assurer que les résultats sont fiables, le dosage des composés phénoliques a été réalisé en trois essais, par la suite on a calculé la moyenne des densités optiques mesurées

Mode opératoire

Les polyphénols sont dosés par la méthode colorimétrique en utilisant le réactif Folin-Ciocalteu, en se basant sur une gamme étalon [34].

- Prendre 0,5ml d'extrait de chaque échantillon et le dilué 20fois, puis les mettre dans des tubes à essai.
- Ajouter pour chaque tube 2,5ml du réactif F-C et les laisser pendant 3minutes pour assurer le contact, puis rajouter 2ml de Na_2CO_3 à 74g/L ;
- Mettre les tubes à essai dans le bain-Marie pendant 5minutes à température $T=50^\circ\text{C}$;
- Mesurer l'absorbance de chaque échantillon à une longueur d'onde de 760 nm par un spectrophotomètre à UV.

Les résultats sont exprimés en mg équivalent acide gallique/g de matière végétale sèche en se référant à la courbe d'étalonnage de l'acide gallique.



Figure II-8 : Les étapes de dosage des polyphénols [Originale, 2020]

L'expression utilisée pour calculer le pourcentage en polyphénols est exprimée comme suit:

$$\text{Totaux de polyphénols (\%)} = \frac{C \times V}{1000 \times m} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

C : concentration en équivalent acide gallique g/L ;

V : volume de la solution (0,5 ml) ;

m : poids de l'échantillon à l'état frais.

2.5.2.3 Réalisation de la courbe d'étalonnage

Pour réaliser une courbe d'étalonnage, suivre le protocole expérimental ci-dessous :

- Peser 0,5g d'acide gallique, et le dissoudre dans 1L d'eau distillé ;
- Préparer 6 solutions filles de concentration de 0,01;0,03 ; 0,05 ; 0,07 ; 0,09et 0,1 g/l à partir de la solution mère d'acide gallique à 0,5 g/l ;
- Mélanger 0,5 ml de chaque solution fille avec 2,5 ml de réactif du Folin-Ciocalteu dans un tube à essai et les laisser en contact pendant 3min ;
- Ajouter 2ml de Na_2CO_3 à concentration 74g/l ;
- Mettre les solutions obtenues dans un bain-Marie pendant 5minute à une température de 50°C;

Effectuer une lecture pour chaque solution fille par un spectromètre à 760nm.

2.5.3 Dosage de la cellulose

Le taux de cellulose brute d'un aliment est le résidu insoluble issu après un traitement fait par un acide et une base ; elle est déterminée par la méthode de WEENDE.

Mode opératoire

- Prendre 0,5g de l'échantillon dans l'erenmeyer à col rodé de 250ml ;
- Ajouter 50ml de H_2SO_4 ;
- Chauffer pendant 30minutes ;
- Verser dans les tubes de centrifugation et centrifuger pendant 30minutes ;
- Jeter le surnageant et rincer l'erenmeyer à l'eau distillée ;
- Mettre quelques gouttes d'indicateur coloré et neutraliser avec NaOH ;
- Recentrifuger pendant 30minutes, jeter le surnagent et récupérer le culot avec 50ml de NaOH et chauffer pendant 30minutes ;
- Jeter le surnageant et rincer l'erenmeyer à l'eau distillée ;
- Mettre dans le tube quelques gouttes d'indicateur coloré et neutraliser avec l'acide ;
- Centrifuger encore une troisième fois pour 30minutes ; récupérer le culot dans des creusets en porcelaine ; sécher pendant 24heures à 50°C puis peser et noter P_1 ;
- Mettre au four à 550°C pendant 3heures ; peser et noter P_2 .

L'expression utilisée pour le calcul de taux de la cellulose est donnée ainsi :

$$\phi (\%) = \frac{P_2 - P_1}{P_e} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

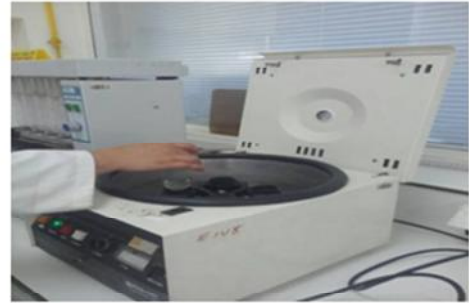
P_1 : Poids du culot après le séchage ;

P_2 : Poids du culot sec ;

P_e : Poids de l'échantillon.



a) Montage d'extraction de la cellulose



b) Centrifugeuse

Figure II-11: Technique du dosage de cellulose (Originale, 2020)

2.5.4 Extraction de la lignine avec un détergent acide (ADL selon Van Soest)

Cette méthode est basée sur la solubilisation de la cellulose dans l'acide sulfurique à 72% et donne la "lignine brute" pouvant contenir également la pectine (excrétée à l'extérieur des membranes des cellules végétales avec une structure lipidique complexe).

Le dosage de la lignine non dissoute a été réalisé au sein du laboratoire de contrôle de qualité **SABRINNE**

Réactifs

1. Solution de détergent acide :

- a. 20 g de bromure de cetyltriméthylammonium (C₁₉H₄₂BrN)
- b. 1 L d'acide sulfurique 1 N (H₂SO₄)
- c. Dissoudre le tensioactif dans l'acide tout en remuant pour favoriser la dissolution.

2. n-octanol (C₈H₁₈O),

3. Acétone

4. Solvant pour la cellulose : 440 ml d'eau distillée refroidie auxquels sont rajoutés du H₂SO₄ (98%, d=1.84) pour obtenir 1l de solution.

Mode opératoire

- Peser dans un creuset 1 g d'échantillon broyé avec une précision de 1 mg ;

- Ajouter 100 ml de solution de détergent acide à température ambiante et quelques gouttes de n-octanol ;
- Chauffer à ébullition sous reflux pendant 60 minutes à partir du début de l'ébullition ;
- Filtrer et laver 3 fois avec de l'eau bouillante, puis 2 fois avec de l'acétone froid ;
- Ajouter environ 25 ml d'acide sulfurique à 72% à température ambiante (solvant pour la cellulose) et poursuivre l'extraction à froid pendant 3 heures, en mélangeant toutes les heures ;
- Filtrer et laver 3 fois avec de l'eau bouillante ou jusqu'à l'absence de réaction acide ;
- Sécher 8 heures à 105°C et laisser refroidir dans un dessiccateur ;
- Peser ;
- Calculer la lignine insoluble dans le détergent acide selon l'équation suivante :

$$\text{ADL (\%)} = \frac{(P_0 + P_2) - P_0}{P_1} \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

P 0 : poids du creuset ;

P 1 : poids de l'échantillon x ;

P 2 : poids du résidu.

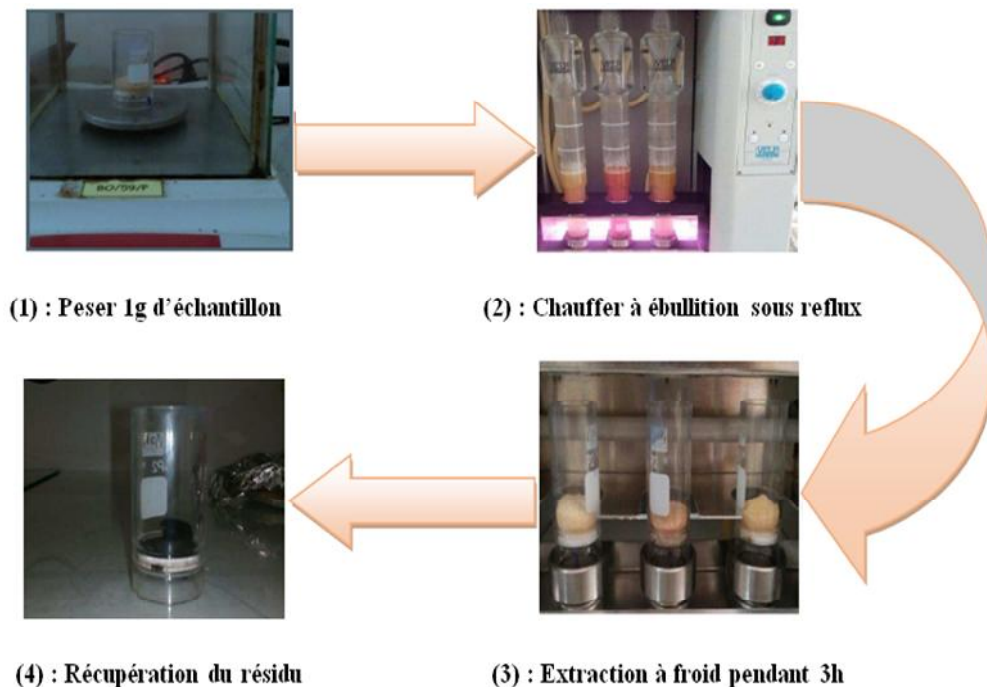


Figure II-9 : Les différentes étapes d'extraction de la lignine [Originale, 2020]

2.5.5 Les analyses des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SINR)

La spectroscopie infrarouge est l'une des méthodes efficaces et répandues qui permet l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles [35].

Les liaisons internes des molécules permettent aux atomes de vibrer autour d'une position moyenne. La spectroscopie infrarouge est basée sur l'association d'une fréquence de vibration à un groupe moléculaire particulier (mode de vibration, voire de rotation) [36].

Dans le proche infrarouge, la mesure spectral repose sur l'évaluation de la qualité de lumière qui a été absorbée par l'échantillon. Conventionnellement les limites du proche infrarouge se situent entre 800 et 2500 nm [37].

Mode opératoire

Avant l'analyse spectrométrie proche infrarouge, les échantillons sont préalablement broyés, tamisés puis séchés.

Dans un premier temps un alignement est réalisé toutes les heures pour Ensuite, chaque échantillon est placé dans un vial en verre spécial où la poudre est tassée pour éviter les potentielles perturbations du faisceau liées à l'hétérogénéité de la poudre. Le Vial est placé sur la fenêtre d'analyse du spectromètre et les spectres sont enregistrés, 64 scans sont réalisés en une trentaine de secondes avec une résolution de 8 cm^{-1} (nombre d'onde), puis un spectre moyen est donné par le spectromètre. Cependant, cette technique permet d'obtenir des résultats quantitatifs grâce à l'intensité des bandes d'absorption, mais aussi qualitatif car on peut observer une absorbance particulière à une zone de longueurs d'onde spécifiques d'un matériau [37].



**Figure II-10: Spectromètre Proche Infrarouge ; Spectromètre Nicolet iS FT-IR
[Originale,2020]**

2.6. Caractéristique anatomique

2.6.1 Microscopie Electronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à Balayage a été proposée pour la première fois en Allemagne en 1935, par KNOLL et VON ARDENNE, et développé par ZWORYKIN, HILLIER et SNYDER dans les laboratoires aux Etats-Unis (1940). Elle a connu son véritable essor dans les années 60, grâce aux progrès techniques de la télévision et des détecteurs électrons.



Figure II-11: MEB PHULIPS XL 20

Principe

L'appareil utilisé est un microscope électronique à balayage de type '**PHILIPS XL 20**' au niveau de laboratoire de recherche de HASNAOUA à U.M.M.T.O.

Le microscope électronique à balayage n'est pas proprement dit un microscope conventionnel dans le sens optique du terme. En effet, il n'y a pas formation d'une image par une lentille objective comme cela est le cas en microscopie optique et en microscopie électronique en transmission, mais l'image est formée de manière séquentielle en balayant la surface de l'échantillon et en recueillant les particules émises. Suivant le type de particules détectées le microscope électronique à balayage fournit des images différentes dont les informations peuvent être complémentaires [38].

Mode opératoire

Dans un premier temps, l'échantillon à analyser est collé sur un porte échantillon en métal et de forme circulaire, adaptable au porte-objet du microscope. Le dispositif contenant l'échantillon est placé dans la chambre intérieure du microscope et peut être déplacé à l'aide de verniers, permettant de réaliser le balayage. L'échantillon ne passe pas par une

métallisation préalable, car le microscope possède une caractéristique de pression contrôlée ainsi un détecteur d'électrons rétrodiffusés produit des électrons primaires à partir d'un filament de tungstène chauffé à 2700 K°. Les micrographies obtenues permettent d'observer la microstructure de la surface de l'échantillon [39].



Chapitre III
Résultats et
discussions

1 Caractérisation physico chimique des fibres de bois

1-1 Caractérisation physique

1-1-1 Taux d'humidité :

La teneur en eau est variable d'une espèce à l'autre et elle varie aussi, pour une même espèce, suivant la partie de l'arbre considérée et l'année de son abatage, pour cela nous avons effectué des mesures sur deux types du bois. L'ensemble des résultats de l'étude comparative de ces deux fibres du bois sont présentés dans la figure ci-dessous :

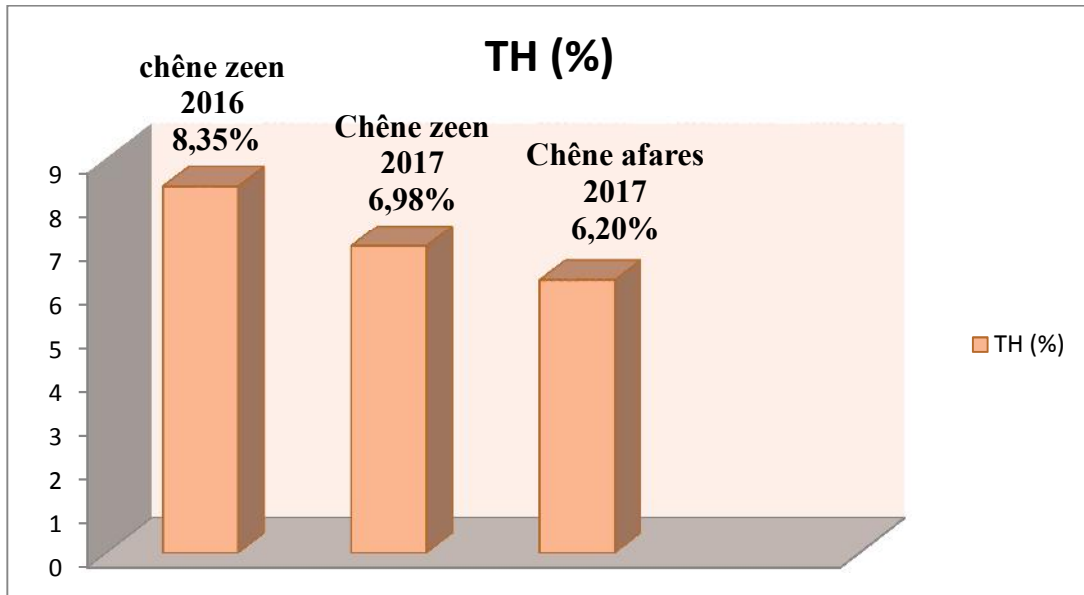


Figure III-1 : Histogramme de taux d'humidité

D'après nos résultats expérimentaux, nous avons constaté une différence entre les 3 sciures étudiées, on remarque que toute l'eau s'est évaporée et il ne reste que la matière minérale et organique.

Les résultats du calcul montrent une légère différence du taux d'humidité entre les deux types du bois étudiés c'est que le chêne afares possède un taux d'humidité plus faible que celui de chêne zeen. Comme on remarque que le taux d'humidités chez le bois de chêne de zeen 2017 est inférieur à celui de 2016. On peut noter que la variation de la teneur d'eau des essences est due à plusieurs facteurs, telle que la nature du bois (sa composition structural). Le taux d'humidité allant de 6 à 12% donne un caractère hydrophile et une résistance à la traction.

En séchant ; l'humidité descend en dessous du point de saturation des fibres, ainsi la résistance mécanique du matériau est améliorée. Aussi, dans les dimensionnements des structures en bois, il faut prendre en compte le taux d'humidités du bois, car ceci a un impact sur la résistance mécanique du bois.

Caractérisation chimiques

2.1 Taux de cendre :

La figure (III-2) montre les teneurs en cendres, en matières organique et en carbone organique déduites pour les 2 fibres végétales étudiées. Les teneurs sont déterminées à partir de la moyenne des essais effectués pour chaque échantillon et sont présentées dans l'histogramme ci-dessous :

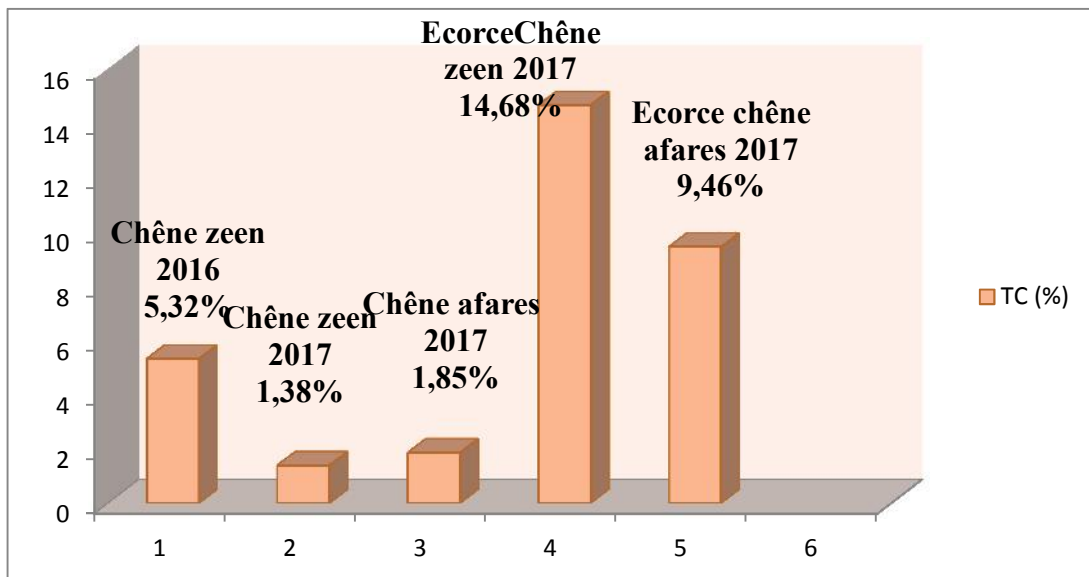


Figure III-2 : Histogramme de taux de cendre

Après l'incinération de nos échantillons, on a constaté que la matière organique a totalement disparu et il ne reste que la matière minérale (cendre) qui est constituée principalement de soufre, phosphore, chlore, silicium, potassium, calcium, magnésium, fer, sodium et exceptionnellement peut contenir de l'aluminium, zinc et bore... Comme nous pouvons le constater d'après les résultats obtenus, on remarque que la teneur en cendre la plus élevée est pour l'écorce de chêne zeen 2017. La différence observée peut être attribuée à plusieurs facteurs tels que la saison d'abattage, la nature du sol en matières minérales et la nature du bois. La quantité et la nature des matières minérales formant les cendres varient également avec les diverses parties de l'arbre. L'écorce en contient plus que le bois.

2.2 Détermination des taux de phénols totaux dans le bois de chêne zéen et chêne afares

La concentration des polyphénols totaux est déterminée par la méthode de Folin-Ciocalteu à partir d'une courbe d'étalonnage utilisant l'acide gallique comme témoin (Annexe 4).

Tableau III-1 Résultats des absorbances obtenus des solutions filles d'acide gallique

C (g/l)	0.01	0.03	0.05	0.07	0.09	0.1
ABS	0.0719	0.35440	0.4730	0.7152	0.8749	0.9978

L'absorbance est étroitement liée à la concentration de l'acide gallique utilisée dans la gamme d'étalonnage avec un R^2 0,9941 (Figure3).

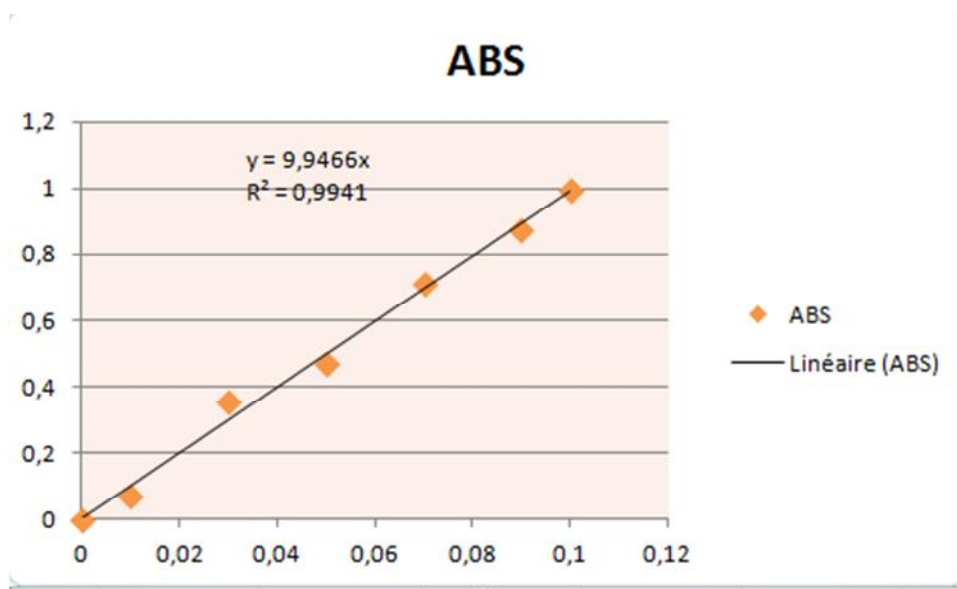


Figure III-3 : Courbe étalonnage d'acide gallique à 0.5g/L

La figure III-4 ci-dessous montre la variation des teneurs en polyphénols totaux de différentes essences obtenue lors de notre manipulation aux sains de laboratoire de Chimie de l'environnement à l'UMMTO.

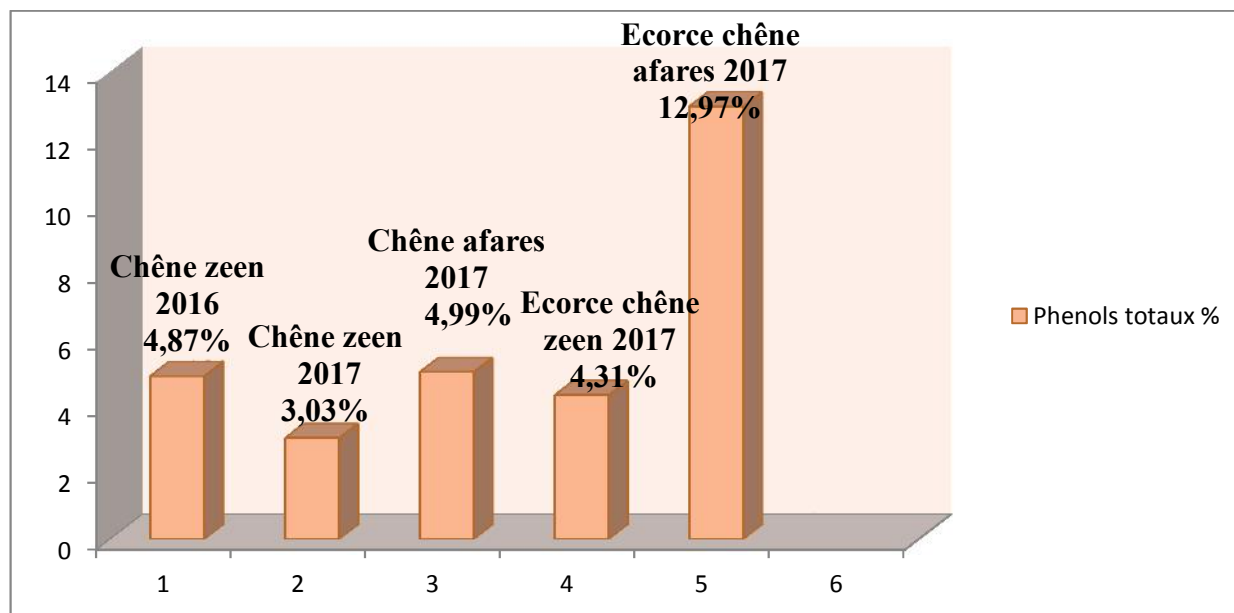


Figure III-4 : Histogramme de taux de phénols totaux

D'après les résultats obtenus nous remarquons que le taux de polyphénols totaux est différent dans les deux essences, cependant une forte teneur de 12,97 % pour l'écorce de chêne afares, cela dû à son anatomie riche en tanin.

Le patrimoine génétique joue un rôle important dans la variation de la teneur en composés phénoliques, ce qui fait que la concentration des polyphénols est très variable de l'état de la maturité de l'espèce, de l'organe de provenance, d'une espèce à une autre, et d'une variété à une autre. Ceci explique le taux des polyphénols élevé de l'écorce, car généralement il est plus acide que le bois, et ses extraits contiennent habituellement plus de polyphénols [44].

Les fibres d'écorce de chêne broyées idéal en horticulture. Ce paillage fibreux permet de réduire l'arrosage, et joue le rôle de désherbant, et en se décomposant ce paillage se transforme en humus qui enrichit le sol.

2.3 Détermination de taux de cellulose (¢%)

La figure III-5 ci-dessous résume les résultats de taux de cellulose nos échantillons obtenus au sein de l'Entreprise Publique Economique ONAB Nutrition.

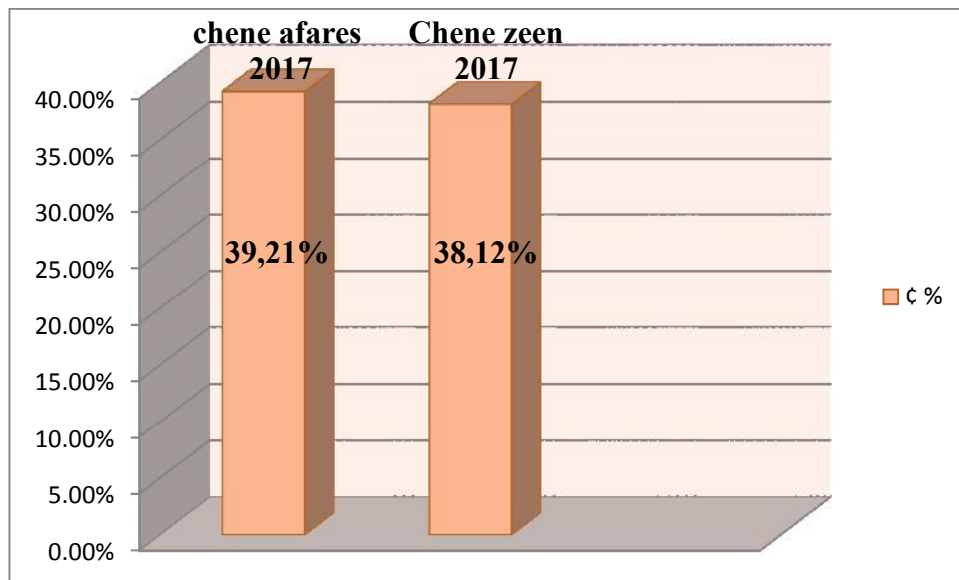


Figure III-5 : Histogramme de taux de cellulose

D’après l’histogramme nous avons remarqué que le bois qui possède un taux le plus élevés est celui de chêne afares 39.21% avec une légère différence par rapport au chêne zeen 38.12%.

Selon Godin Bruno, les teneurs en cellulose, en hémicellulose et en lignine des biomasses lignocellulosiques sont variables tant entre espèces qu’au sein d’une même espèce [46].

2.4 Détermination de taux de lignine ADL (%)

La figure III-6 ci-dessous résume les résultats de taux de lignine de nos échantillons obtenus au sein de laboratoire SABRINNEL.

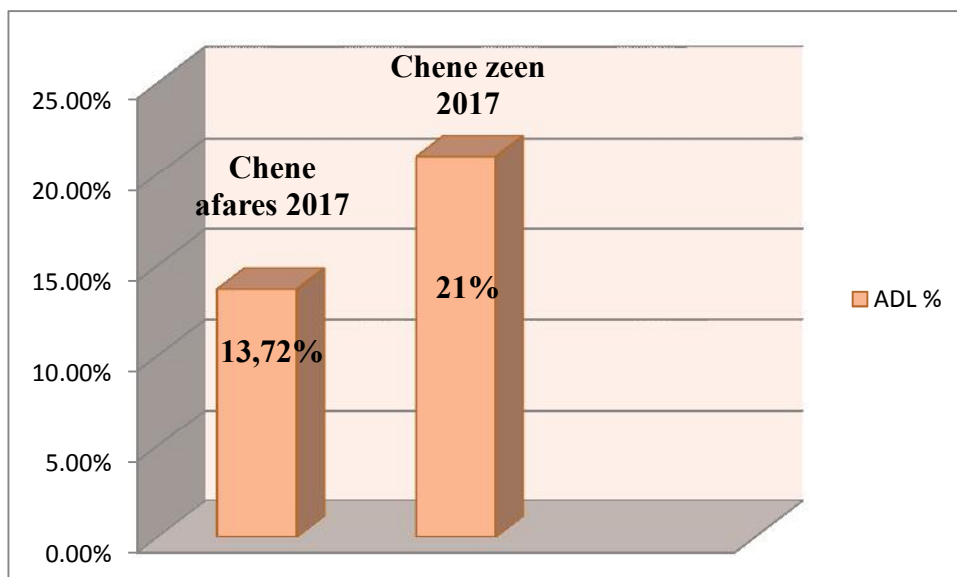


Figure III-6 : Histogramme de taux de lignine

D'après l'histogramme nous remarquons que le chêne zeen possède le taux de lignine le plus élevés 21% par rapport au chêne afares. La composition chimique du bois, varie selon l'essence mais également selon d'autres paramètres, tels que la nature du sol, les conditions climatiques, l'âge de l'arbre et la période d'abattage [47].

La lignine apporte de la rigidité à la paroi cellulaire du bois, une imperméabilité à l'eau ainsi qu'une grande résistance en traction et une protection contre les parasites.

2.5 Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (IRTF)

Les résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Proche Infrarouge (IRTF) des différentes farines du bois sont représentés dans la **Figure III-5**.

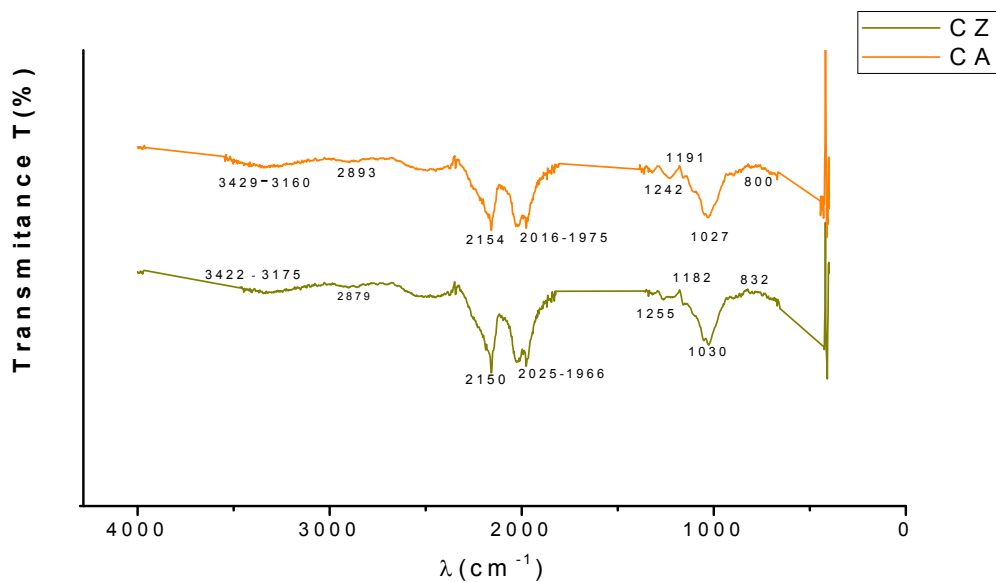


Figure III-7 : Spectre IR des différentes fibres du bois

L'analyse par SPIR obtenue montre la présence de différentes bandes de vibration. Chaque bande d'absorption qui apparait sur le spectre correspond à une fonction ou à un groupement chimique. Les différentes bandes caractéristiques des constituants de nos fibres sont résumées dans le tableau III-1.

Tableau III- 2 Les bandes d'absorptions enregistrées des différentes fibres étudiées par IRTF

1. Nombres d'onde cm^{-1}		
2. Chêne zeen	Chêne afares	3. Type de vibrations cm^{-1}
3422-3175	3429-3160	Vibration d'élongation des groupements hydroxyles O-H
2879	2893	Vibration d'élongation symétrique des liaisons C-H du groupe CH_2
2150	2154	Vibration d'élongation des liaisons $\text{C}\equiv\text{C}$ des alcynes
2025-1966	2016-1975	Harmonique des déformations C-H des aromatiques
1255	1242	Déformation des groupes acétyles.
1191	1182	Vibration d'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C.
1030	1027	Vibration d'élongations C-O aliphatique.
800	840	Vibration de déformation dans le plan des liaisons C-H des aromatiques.

Les bandes qui s'étendent aux alentours de $3429\text{-}3160\text{ cm}^{-1}$, $3422\text{-}3175\text{ cm}^{-1}$ sont attribuées aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH) des celluloses et hémicelluloses. Les bandes d'intensités moyennes vues vers 2893 et 2879 cm^{-1} représentent les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe $-\text{CH}_2$ des segments de la cellulose et de la lignine [40,41].

Les bandes détectées à 2150 et à 2154 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations d'élongation de la triple liaison $\text{C}\equiv\text{C}$ des alcynes.

Les bandes à 1255 et à 1242 cm^{-1} sont attribuées à la déformation des groupes acétyles de la lignine. La bande à 1191 cm^{-1} et celle à 1182 provient de l'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C des hémicelluloses et principalement de la cellulose [43].

La bande à 1030 et 1027 cm^{-1} de l'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C des hémicelluloses et principalement de la cellulose [43].

Enfin, les vibrations de déformation du plan C-H aromatique sont observées à une longueur d'onde de 840 et 800 cm^{-1} pour les deux spectres [43].

3 Caractérisation anatomique

3.1 Microscopie électronique à balayage (M.E.B.)

La microscopie électronique à balayage (MEB) a été utilisée pour décrire la microstructure de la surface des échantillons (Figure 5) de sciure de bois chêne zeen et le chêne afares. L'examen morphologique nous donne les différentes microphotographies MEB de l'échantillon de sciure de bois.

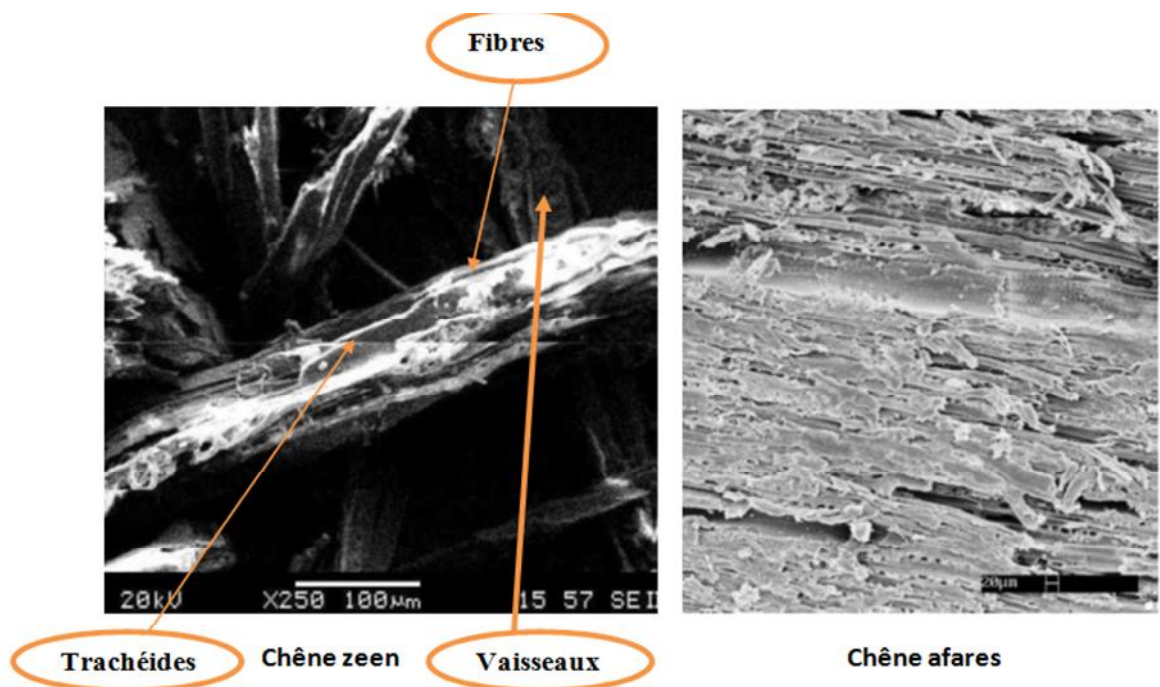


Figure III-8 : Microstructure MEB

Macroscopiquement, le bois de chêne zeen présente de gros rayons ligneux multi sériés et de petits rayons unisériés. La zone de bois initial (aubier) se caractérise par de gros vaisseaux alignés en bandes tangentielles et isolés les uns des autres. En revanche, le bois final (duramen) est formé de vaisseaux nettement plus petits et de taille variable. Les fibres sont très nombreuses dans le bois final, irrégulièrement réparties et à trajet rectiligne-oblique [45]. Les fibres sont très abondantes en bandes irrégulières, elles sont caractérisées par des parois très épaisses. Il y'a présence de cellules cristallifères uniques dans les cellules du parenchyme.

Après exposition, les fibres ont été affaiblies avec des défauts de surfaces substantielles. Cette détérioration est plus importante dans le cas de chêne zeen et modérée pour le chêne afares avec quelques fissures microscopiques.

Aussi, la micrographie électronique à balayage (MEB) d'une coupe transversale du bois de chêne zeen nous montre la présence des cellules ayant des ponctuations simples.

L'image du chêne zeen de la figure 5 montre la présence du vide intercellulaire sous forme de cavités longitudinales partiellement exposées. L'image fait apparaître des tubes connus sous le nom de trachéides. Ce sont des cellules allongées dans la direction longitudinale et qui jouent le rôle de soutien et de conduction de la sève. Les murs épaissis des trachéides sont marqués par des lignes des trous mineurs et majeurs, connues sous le nom de ponctuations. Ces ponctuations permettent l'échange des substances avec les cellules adjacentes et rendent ainsi possible le mécanisme d'adsorption.



Conclusion

Notre travail a pour objectif l'élaboration d'une fiche technique du matériel végétal étudié.

En premier lieu les propriétés physico-chimiques afin de valoriser cette essence envahissante du chêne liège.

La caractérisation physique révèle une légère différence du taux d'humidité ; cette étude comparative a montré que le bois de chêne zeen se classe au premier rang pour ce qui est du taux d'humidité par rapport au chêne afares (8,3568%).

Les propriétés chimiques nous ont montré que le taux de cendre reste élevé pour l'écorce du chêne zeen de 14,68% tandis que celle du chêne afares elle est de 9,46%.

L'écorce des deux essences a révélé un taux de polyphénols plus élevée que celle du bois, elle était de 12,97% pour le chêne afares et de 4,31% pour le chêne zeen. Le bois de deux essences a un taux de polyphénol proche (chêne zeen : 4,97% ; chêne afares : 4,99%)

L'analyse structurale par spectre proche infrarouge (SPIR) montre que le chêne zeen et le chêne afares possédant les mêmes bandes de vibrations. Cette analyse a révélé que les spectres d'absorption obtenus a montré une similitude entre la composition structurale (cellulose, hémicellulose, lignine et pectines) des deux farines étudiées.

Pour ce qui est la caractérisation anatomique, elle nous illustre les vaisseaux nettement plus petits et de taille variable et des deux fibres très nombreuses irrégulièrement réparties et à trajet rectiligne-oblique dans nos quatre sciures.

Notre étude a montré que nos deux essences nationales ont deux écorces à des taux de polyphénols intéressants pour une valorisation agraire.

Afin de compléter notre travail il serait intéressant d'identifier les polyphénols par HPLC, une RMN, DRX et ATG des fibres seraient indispensables.



Références

- [1] **FAO ; (2006)** : Evaluation des ressources forestières mondiales 2005, Rome, 310p.
- [2] **Benyoucef. S., Harrache .DJ., (2014)**, "Caractérisation de la microstructure de sciure de bois de pin sylvestre '*Pinus sylvestris*' ". Laboratoire de Matière Condensée et Développement Durable. Faculté des sciences exactes, Université Djilali Liabes, Sidi Bel Abbes. Algérie J. Mater. Environ. Sci. 6 (3). 765-772p.
- [3] **Kévin.C., (2013)**. "Caractérisation des transformations physico-chimiques intervenant lors de la thermodégradation du bois. Influence de l'intensité de traitement, de l'essence et de l'atmosphère" thèse de doctorat, Université de Lorraine.
- [4] **JEBRANE, M.** Fonctionnalisation Chimique Du Bois Par Transesterification Des Esters D'enol. Thèse de doctorat. Bordeaux 1 : Ecole Doctorale Des Sciences Chimiques, 2009.
- [5] **Dettienne P., 1988.** Cours illustré d'anatomie du bois. CTFT, Paris, 47p
- [6] **D Sedan,** "Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composites", thèse doctorat de l'université de limoges, matériaux céramiques et traitement de surface, 2007.
- [7] **Navi, P. &Heger, F. (2005)**. "Comportement thermo-hydromécanique du bois", Presses polytechniques et universitaires romandes
- [8] **MICHAUD F.,** Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : aptitude au postformage, Thèse de doctorat en cotutelle, Université Laval québec, Canada et Université Bordeaux I, Bordeaux, France, (2003), pp 6-7
- [9] **ENGLISH B., YOUNGQUIST J.A., KRZYSIK A.M,** Lignocellulosic Composites, *Ed Gilbert R.D Cellulosic polymer, blends and composites,* Hanser publishers (NY), pp 115-130, (1994)
- [10] **ROWELL R.M., YOUNG R.A., ROWELL J.K,** Paper and composites from agro-based resources, Ed Rowell R.M, Lewis publishers, Boca Raton, USA, (1997)
- [11] **Thiebaud S. (1995)**. Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux. Thèse. Institut National Polytechnique de Toulouse. N° d'ordre : 087. 194 p.
- [12] **Overend R. P., Milne T. A., Mudge L. K. (eds.). (1985)**. Fundamentals of thermochemical Biomass conversion. Elsevier Applied Science Publishers, London.

- [13] **SEBAOUI Ouiza . (2018)** ,Modélisation et optimisation de l'extraction de la pectine à partir du zeste de citron et de son utilisation dans l'encapsulation des composés phénoliques des margines de l'industrie oléicole,UMMTO.
- [14] **S. Bouhank.** « Effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des composites PP/ farine cellulosique ». Mémoire de Master, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif 1, Algérie, 2012, 56 p.
- [15] **Fengel, D. & Wegener, G.** (1983). "Wood Chemistry, Ultrastructure, Reactions", Walter de Gruyter- Berlin, New York, ISBN 3-11-008481-3.
- [16] **F. Laurans, A. Déjardin, et J. Pilate.** « Physiologie de la formation des parois de fibres de bois ». revue des composites et des matériaux avancés, Vol.16, 2006 , pp.27-39.
- [17] **] D, Hatsch,** "Interaction hôte/pathogène : étude du modèle Cumulus lupulus Fusariumgraminearum. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène," thèse de doctorat de l'université de Louis Pasteur Strasbourg I, Sciences du Vivant – Aspects moléculaires et cellulaires de la biologie.2004
- [18] **Timell. TE.,**(1967), "Recent progress in the chemistry of wood hemicelluloses", Wood Science and Technology, 1(1): p. 45-70.
- [19] **Kévin.C.,** (2013). "Caractérisation des transformations physico-chimiques intervenant lors de la thermodégradation du bois. Influence de l'intensité de traitement, de l'essence et de l'atmosphère" thèse de doctorat, Université de Lorraine
- [20] **GOVIN. A.,** (2004) : Aspect physico-chimique de l'interaction bois-ciment, modification de l'hydrations du ciment par le bois. Thès. doct. Ecole nationale supérieure des Mines des Saint Etienne : Génie des procédés.202p.
- [21] **Gibson L. (2012).** J. The hierarchical structure and mechanics of plant materials. J. R. Soc. Interface. Nov 7; 9(76): 2749–2766
- [22] **KELLER R.** Structures – Composition – Formation du bois. Cours de D.E.A. Sciences du bois. E.N.G.R.E.F , p.p15 , 1994
- [23] **MESSAOUDENE M., LARIBI M., DERRIDJ A., 2007** - Étude de la diversité floristique de la forêt de l'Akfadou (Algérie). Bois et Forêts des Tropiques, 2007, N° 291 (1). pp 75-81.

- [36] **IMAN TALEB ;2013.** Apport de la spectroscopie vibrationnelle, infrarouge et Raman, appliquée au sérum pour le diagnostic du carcinome hépatocellulaire chez les patients atteints de cirrhose. UNIVERSITE DE REIMS CHAMPAGNE-ARDENNE
- [37] **NANCY.D., (2009) :** Chimie de bois. Xavier DEGLISE. Professeur émérite à Univ-Henri- Poincaré. Past Président de l'Internatinnel Academy of Wood Science.225p.
- [38] **BENYOUCEF. S., HARRACHE DJ., (2014) :** Caractérisation de la microstructure de sciure
- [39]**Martial.P., (2017),** "Modification de l'énergie de surface du bois par fluoration", thèse de doctorat, Université Clermont Auvergne.
- [40]**BOUSSEHEL H.** Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène. Thèse de doctorat. Filière : chimie. Option : science des matériaux. Université Mohamed Khider. Biskra, 2018.
- [41]**FADEL A.** Influence des diverses modifications de Genet d' Espagne sur la propriété mécanique, rhéologique et thermique de composites à matrice thermoplastique. Mémoire de Magistère. Option : génie des polymères. Université de Setif-1, 2014.
- [43] **Jaquiot C., Trenard Y. et Dirol D., 1973.** Atlas d'anatomie des bois des Angiospermes essences feuillus).Tome I, centre Technique du bois, Paris, 175p.
- [44] **MACHEIX J., FLEURIET A., JAY ALLEMAND C .**les composes phénoliques des végétaux, presses polytechniques et universitaires romandes, lausanne, 2005.
- [45] **HADDAD A., 1990 –** contribution à l'étude botanique et anatomique de quelques espèces de feuillus autochtones : Populustremula.L, Fraxinusoxyphyla. Bieb, Quercus miberckii.Dur.Thèse .ing.INA.
- [46] **Messaouda.H;** (2012), "Dosage des polyphénols de la tomate « agora » et étude de leur pouvoir antioxydant", Mémoire fin d'étude, Université de Hassiba Ben Bouali –Chleff
- [47] **Glories,Y,** La couleur des vins rouges. II Mesure, origine, et interprétation. Connaissance de la vigne et du vin 1984, 18, 253-271.



Annexes

Annexe 1: le tableau suivant résume le matériels et les réactifs utilisés au laboratoire**Tableau : Matériels et les réactifs utilisés au laboratoire**

Matériels	Réactifs
Erlenmeyer	Méthanol
Entonnoir	
Verre de montre	Folin ciocalteu pure et dilué
Balance analytique	
Barrons magnétiques	Carbonate de sodium Na_2CO_3
Papier filtres	
Pipette jaugés	Echantillons de bois
Fiole jaugés (100ml, 250ml, 1000ml ,25ml)	
Etuve	
Four à moufle	
Spectromètres	
Creusets	
Tubes à essaies	
Porte tubes	
Plaques magnétiques	

Annexe 2: le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test du taux d'humidité.

Tableau 1 : Résultats de taux d'humidité des échantillons après étuvage

Fibre du bois	Taux d'humidité (%)
Chêne zeen 2016	8.3568%
Chêne zeen 2017	6.9861%
Chêne Afars 2017	6.2078%

Annexe 3 : le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test du taux de cendre.

Tableau 2 Résultats de taux de cendre après la calcination

Fibre du bois	Taux de cendre (%) 1 ^{ère} essaie	Taux de cendre (%) 2 ^{ème} essaie	Moyenne
Chêne zeen 2016	5.4150%	5.2250%	5.3200%
Chêne zeen 2017	1.1200	1.6500%	1.3850%
Chêne afars 2017	1.8150%	1.8950%	1.8550%
Ecorce chêne zeen 2016	14.4000%	14.9650	14.6825%
Ecorce chêne afars 2017	9.4550%	9.4800%	9.4675%

Annexe 4 : Le tableau suivant donne les résultats des absorbances des solutions filles d'acide gallique.

Tableau 3 Résultats des absorbances obtenus des solutions filles d'acide gallique

C (g/l)	0.01	0.03	0.05	0.07	0.09	0.1
ABS	0.0719	0.35440	0.4730	0.7152	0.8749	0.9978

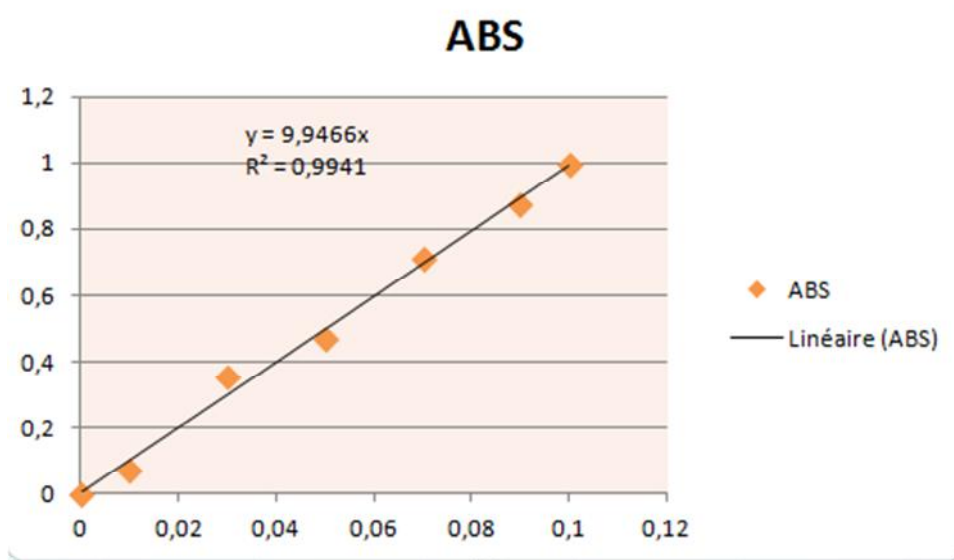


Figure 1 Courbe d'étalonnage avec l'acide gallique à 0.5g/L

A

Annexes 5 : Tableau résume les résultats d'absorbances des échantillons lors du dosage des polyphénols

Tableau 4 Résultats des absorbances des échantillons lors de dosage des polyphénols

Fibre du bois	chêne zeen 2016	Chêne zeen 2017	Chêne afars 2017	Ecorce chêne zeen 2017	Ecorce chêne afars 2017
ABS 1 ^{ère} essaie	0.5023	0.4749	0.5836	0.5890	1.9228
ABS 2 ^{ème} essaie	0.5259	0.2772	0.4717	0.3870	1.0815
ABS 3 ^{ème} essaie	0.4197	0.1488	0.4276	0.3130	0.8441
Moyenne	0.4826	0.3004	0.4943	0.4263	1.2828

Tableau 5: Résultats du dosage des polyphénols totaux (%)

Fibre du bois	Chêne zeen 2016	Chêne zeen 2017	Chêne afares 2017	Ecorce chêne zeen 2017	Ecorce chêne afars 2017
Phénols totaux (%)	4.87	3.03	4.99	4.31	12.97

$$\text{Phénols totaux (\%)} = (C \cdot V / 1000 \cdot m) \cdot 100$$

La concentration C est calculée d'après la courbe d'étalonnage en utilisant la relation :

$$A = C \cdot L \cdot c$$

A : l'absorbance.

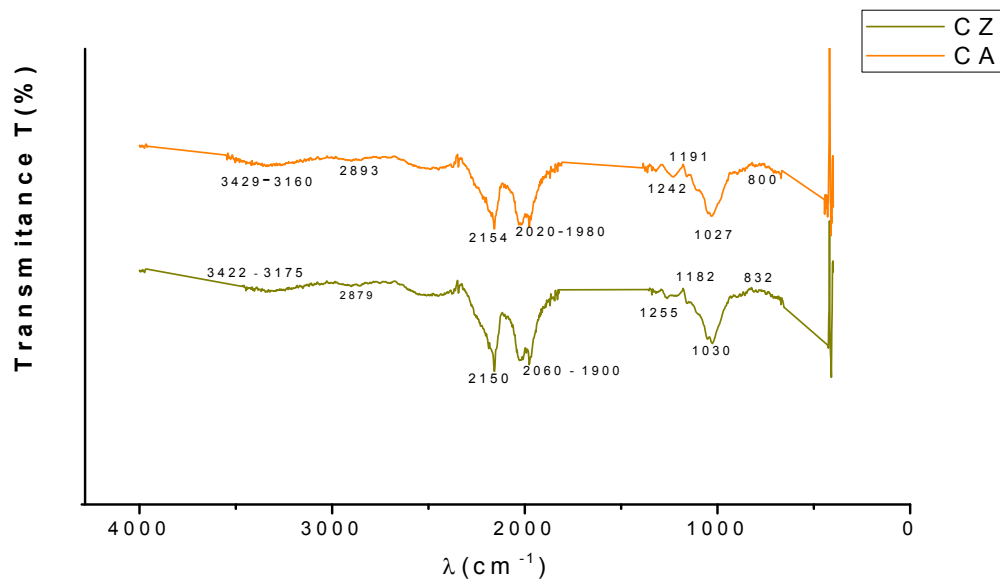
c : c'est la pente de la courbe d'étalonnage.

L : c'est la longueur de la cuve qui est égale à 1cm.

C : la concentration.

De là on retire la concentration et on aura : $C = A / (L \cdot c)$.

Annexe 7 : Les résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) sont présentés ci-dessous :



Spectre infrarouge de la fibre de chêne zeen et chêne afares