

N° d'ordre :

Retirer le filigrane maintenant

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

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT

THEME

***Caractérisation physico chimique des fibres
ligneuses***

Présenté par :

**CHERBI
KABECHE**

**Dihia
Dyhia**

Soutenu publiquement, le 25 / 10 / 2018 devant le Jury composé de :

M^r KADOUCHE	Slimane	Maitre de conférences classe A	PRESIDENT
M^{me} LOUNI	Dalila	Maitre assistante classe A	ENCADREUR
M^r RAHMOUNE	M^{ed} Ameziane	Maitre de conférences classe B	Co-ENCADREUR
M^{me} BOURBIA	Sofia	Maitre de conférences classe A	EXAMINATRICE
M^{me} BAAZIZ	Bahia	Maitre de conférences classe B	EXAMINATRICE



Remerciements

Nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné le savoir et la faculté de pouvoir poursuivre nos études afin de choisir un métier d'avenir noble.

Ce travail n'aurait pas vu le jour sans la vraie présence et la générosité de notre Promotrice, M^{me} LOUNI Dalila maitre assistante (A) à la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques à l'UMMTO, que nous voulons particulièrement remercier pour son soutien.

Nous remercions également notre Co-promoteur Mr RAHMOUNE M, maitre de conférences (B) à la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques à l'UMMTO.

Nous tenons à remercier le personnel du laboratoire de chimie de la faculté des sciences de Boumerdès et plus particulièrement M^{elle} MEZLI Samira.

Nous tenons aussi à remercier le personnel du laboratoire de recherche de la faculté mécanique à l'Université de Bab Ezzouar (Houari Boumedienne).

Merci également à :

- Mr. KADOUCHE A. de nous avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury.*
- M^{me}. BAAZIZ B. d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce travail,*
- M^{me}. BOURBIA S. d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

Nous tenons également à adresser nos plus vifs remerciements à :

- Le personnel du laboratoire de chimie de Tamda, faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques.*
- Le personnel du laboratoire de faculté des sciences géologique.*
- Les enseignants qui nous ont formés durant tout notre cursus.*
- Le personnel de la bibliothèque de chimie pour leur patience et leur compréhension.*
- Le personnel de l'administration du département de chimie.*

A tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail

Dédicaces

À

La mémoire de mon cher père CHERBI KHALED celui qui représente pour moi l'exemple du courage, de bonté, volonté, et de tendresse, et qui ne peut partager ma joie aujourd'hui repose en paix papa.

Celle pour laquelle je dois tout et je ne rendrais jamais assez, ma très chère mère.

Ma source d'encouragement et de réussite; pour son aide et soutien, mon cher époux KADER.

Mes adorable frères LYAZID et FARES et leurs épouses qui m'ont vraiment aidé durant tout le long de ma formation, ainsi qu'à mes très chères tantes SAMIA et NADIA.

Mon adorable petite CELINA qui illumine ma vie de joie et de Bonheur.

. Mes très chers oncles et tantes.

Je remercie mon amie et sœur NACHEF NADIA qui m'a vraiment aidé durant tout le parcours de mon travail.

Sans oublier ma binôme DYHIA KABECHE, mes ami(e)s, cousins et cousines.

Dihia

Dédicaces

Ce travail je le dédie tout d'abord a ma mère Kareb Nora, qui a œuvré pour ma réussite de par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, reçois a travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.

A mon père Achour en toi je vois un père dévoué. Ta présence en toute circonstance m'a maintes fois rappelé le sens de la responsabilité. Merci pour tout.

A ma sœur Tassadit ma confidente et a mes frères Amokrane, Idir, Arezki qui n'ont pas cessé d'être pour moi des exemples de persévérance, de courage et de générosité.

A l'étoile de ma vie Yacine, tu as illuminé ma vie, tu as été avec moi jusqu'au bout et tu continue a l'être merci pour tout se que tu as fait pour moi pour tous le soutien que tu m'as donné, pour m'avoir retenue a chaque fois que je suis tombé , ton grand cœur, ta sincérité ne cesseront de m'envouté et comme on dit chez nous " adhihréz rebi ta3aboute ikidyourwen" .

A ma grand mère Chabha ma deuxième maman et a mon grand père Akli a qui je souhaite theghzi lamar .

A mes deux oncles Mohammed Arezki (paix a son âme) et Belkacem.

A ma belle sœur Farah.ma deuxième sœurmerci pour ton honnêteté.

A ma binôme Dihia Cherbi , si on est aujourd'hui binôme c'est parce que on avait voulue faire une dernière chose ensemble a Bastos...travaillé avec toi était un pure plaisir et une immense joie.

A la famille Kabeche, Kareb, Beggaz, kechout .

Dyhia

°C : Degré Celsius.

µm : micromètre.

℄ : Taux de cellulose.

eV : exavolt.

H (%) : Taux d'humidité.

HRGP : Hydroxyproline Rich Glyco Proteins.

kV : Kilovolt.

MAF : Angle Micro Fibrillaire.

MEB : Microscopie électronique à balayage.

nm : nanomètre.

d : diamètre.

SIPR : Spectromètre proche infrarouge.

W : Teneur en cendre.

Liste des figures et tableaux

Liste des figures et tableaux

N° de la figure	Titre de la figure	N° de la page
01	Structure anatomique des bois	6
02	Arbre de Chêne Zeen	7
03	Arbre de peuplier blanc ²	8
04	Arbre de bois rouge (pin finlandais)	8
05	Coupe transversale d'un tronc d'arbre	10
06	Plan ligneux des bois feuillus ³	11
07	Microscopie électronique à balayage de fibre de Bois Rouge	12
08	Structure générale d'une fibre naturelle de bois	15
09	Structure du bois (observations multi échelles)	16
10	Représentation schématique d'une fibre de bois	17
11	Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique	17
12	Structure chimique de la cellulose	18
13	Liaisons hydrogène inter- et intramoléculaires au sein de la cellulose	18
14	Représentation de la chaîne de cellulose	18
15	La structure d'une fibre cellulosique	19
16	Principaux glucides constituant les hémicelluloses	20
17	Motifs élémentaires de la lignine	21
18	structure de la pectine	22

Liste des figures et tableaux

Retirer le filigrane maintenant

19	Image satellite des différentes stations choisies dans la région d'Akfadou E (1 /50.000) (Google earth, 2018).	27
20	Échantillons à analyser (poudre de bois de chêne zeen et déchets de menuiseries)	28
21	Tamis	29
22	Différentes étapes de mesure de taux d'humidité	30
23	Différentes étapes de mesure de taux de cendre	31
24	Préparation de l'échantillon	32
25	Préparation des filtrats	32
26	Dosage des polyphénols	34
27	Technique du dosage de cellulose	36
28	Spectromètre Proche Infrarouge (SPIR) « Spectromètre Nicolet iS10 FT-IR » avec un zoom sur le placement des échantillons à analyser	37
29	Microscope électronique à balayage «JEOL JSM-6360 »	39
30	Courbe étalon avec l'acide gallique à 0,5g/L	44
31	Histogramme de taux de phénol totaux	45
32	Histogramme des taux de la cellulose.	46
33	Spectre IR de la fibre vierge de chêne zéen .	47
34	Spectre IR de la fibre vierge de Bois Blanc	48
35	Spectre IR de la fibre vierge de Bois Rouge	48
36	Micrographies MEB Grossissement x 250	51

Liste des figures et tableaux

Retirer le filigrane maintenant

N° de tableau	Titre du tableau	N° de la page
I	les Refus des échantillons à différentes Mailles.	41
II	Résultats de calcul du taux d'humidité à 250µm	42
III	Résultats de calcul du taux d'humidité à 125µm.	42
IV	Résultats de calcul du taux de cendre à 250µm	43
V	Résultats de calcul de taux de cendre à 125µm	43
VI	Répartition moyenne (% en masse) des principaux composés chimiques dans les bois feuillus et résineux	46
VII	Les bandes d'absorption enregistrées pour les différentes fibres étudiées par SPIR.	49

Remerciements	
Dédicaces	
Liste des abréviations	
Liste des figures et tableaux	
Sommaire	
INTRODUCTION GENERALE	1
Chapitre 1 : Généralités sur le bois.....	4
Section 01 : présentation des multiples bois	5
Section 02 : teneur et structure du bois.....	9
Chapitre2 : Fibres végétales du bois.....	13
Section 01 : description des fibres végétales.....	14
Section 02 : mise en pratique de la fibre végétale.....	23
Chapitre 3 : Méthodes et matériels.....	25
Section 01 : choix et spécificités du périmètre de l'étude	26
Section 02 : caractérisation physique et chimique du bois.....	28
Section 03 : caractérisation anatomique	38
Chapitre 4 : Interprétation des résultats.....	40
Section 01 : caractérisation physique.....	41
Section 02 : caractérisation Chimique	43
Section 03 : caractérisation anatomique.....	51
Conclusion générale	53
Références bibliographique.....	56
Table des matières	
Annexes	
Résumé	

Introduction

Générale

La forêt, constitue un système écologique complexe et diversifié. Les grandes fonctions qu'elle remplit simultanément, au plan économique, par la production de bois, au plan écologique par son rôle de protection et au plan social par les bienfaits qu'elle procure à la société, en font un patrimoine précieux pour l'homme.

Depuis déjà longtemps, la forêt a été fortement exploitée par l'homme, sans qu'il se soucie de sa pérennité, ou de son renouvellement. Actuellement, tout le monde s'accorde à dire que la forêt doit constituer une ressource renouvelable, dont on peut prélever les produits, tout en assurant sa pérennité, à travers une gestion durable de ses ressources, et une meilleure connaissance des multiples éléments assurant son équilibre écologique [32].

Parmi les multiples fonctions assurées par la forêt, celle relative à la production de bois. En effet, le bois reste encore un matériau fortement apprécié pour ses propriétés mécaniques, pour son pouvoir calorifique et comme matière première pour de multiples branches industrielles.

Classiquement, on distingue trois sortes d'utilisation du bois : bois de chauffage, bois d'industrie ainsi que le bois d'œuvre. Ce dernier, est par définition le bois noble, de grande valeur marchande, utilisé dans l'ébénisterie et dans la menuiserie. Cette qualification de bois noble est la conséquence à la fois de ses caractéristiques physiques, mécaniques et chimiques [6].

En Algérie, peu de travaux récents ont abordé le problème de la classification et de la qualification du bois des essences forestières et encore moins le rôle des facteurs écologiques dans la détermination de la qualité du bois.

Le cas du chêne zeen (*Quercus canariensis*) fait partie d'un groupe d'espèces caducifoliées réparties sur le circuit méditerranéen et situées principalement dans l'ensemble ibéro maghrébin [48]. En Afrique du Nord, il occupe 102 000 ha, dont 65 000 ha en Algérie [40]. Il fournit un volume considérable de bois d'œuvre et d'industrie, mais n'a bénéficié que de quelques études très restreintes de par leurs objectifs et leur échantillonnage. Ce manque d'information est un handicap certain pour la connaissance, la gestion et la valorisation de la ressource ligneuse issue de la chênaie caducifoliée du pays.

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

C'est dans ce contexte de réponse à la problématique qui désigne le bois de chêne zeen, comme étant un bois peu exploité et méconnu, que s'est destiné le but de notre étude qui a été établie afin de clarifier et tirer les multiples propriétés des fibres du bois de chêne zeen centenaires abattus à deux années différentes (2010-2016) comparé aux déchets de menuiserie (bois blanc et bois rouge).

Notre travail a pour objectif la caractérisation des fibres du chêne zeen (2010 et 2016) et les déchets de menuiserie (bois blanc et bois rouge). Selon deux diamètres bien définis ($d=250\mu\text{m}$ et $d=125\mu\text{m}$), une caractérisation physico-chimique des fibres a été effectuée par la détermination du taux de cellulose des sciures suivie du taux des composés phénoliques à l'aide de la méthode de la spectroscopie à UV. Ensuite d'une caractérisation structurale par spectroscopie proche infrarouge (SPIR) et anatomique des fibres par MEB.

Ce mémoire s'articule sur deux grandes parties: une étude bibliographique et un protocole expérimental.

L'étude bibliographique se répartie en deux chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique du bois et sa structure anatomique, suivie du second chapitre sur les fibres végétales et ses compositions chimiques et les paramètres qui caractérisent les propriétés de ces charges végétales.

La caractérisation de ces fibres peut se faire par des méthodes Physico-chimiques et anatomiques. Ceci est détaillé dans le deuxième chapitre.

Le protocole expérimental est constitué de deux chapitres:

Le troisième chapitre, comprend les matériaux utilisés ainsi que les techniques expérimentales utilisées.

Le quatrième chapitre est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

Enfin, dans la conclusion, nous évoquerons les principaux résultats trouvés durant notre recherche.



Chapitre 1 Généralité sur le bois

Section 01 : présentation des multiples 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 [34]

La connaissance de la structure du bois qui relève du domaine de la botanique est à la base de l'étude de ses propriétés physiques, mécaniques et chimiques [34].

1-1- Définition du bois

Le bois est un matériau organisé et hétérogène dont la formation s'est étendue sur de nombreuses années. Botaniquement, c'est un agrégat anisotrope de tissus d'origine secondaire résultant du fonctionnement vers l'intérieur de l'assise génératrice libéro-ligneuse dénommée aussi « cambium » [17].

Le bois est un ensemble de tissus d'origine secondaire, à parois lignifiées, résultant du fonctionnement, vers l'intérieur, de l'assise génératrice cambiale [35].

C'est un matériau imperméable, anisotrope et hétérogène [13]. Il tend constamment vers un équilibre hygrothermique avec l'air qui l'entoure : à cet équilibre correspondent une teneur en humidité ainsi que des propriétés définies. Au regard de son anisotropie, le bois ne présente pas les mêmes caractéristiques physiques et mécaniques selon la direction de la sollicitation.

Le bois est un ensemble de tissus cellulaires, hétérogènes et organisés qui constituent la masse principale du tronc des arbres. Les essences de bois sont généralement classées en deux grands groupes, désignés sous le nom de résineux et de feuillus. Les feuillus sont des végétaux plus évolués que les résineux. Ils sont caractérisés par un bois plus complexe, des cellules plus spécialisées, des plans ligneux plus variés et leur identification est généralement plus facile. Les rôles de conduction de la sève et de soutien mécanique sont principalement assurés par les vaisseaux et les fibres ligneuses [12] [13] [35]. Quant aux résineux, végétaux plutôt primitifs, ils présentent des cellules de bois peu spécialisées et un plan ligneux simple. Les trachéides longitudinales constituent environ 90 % du volume du

bois des résineux [12] [28]. La figure 1 illustre la structure anatomique des bois feuillus et des bois résineux.

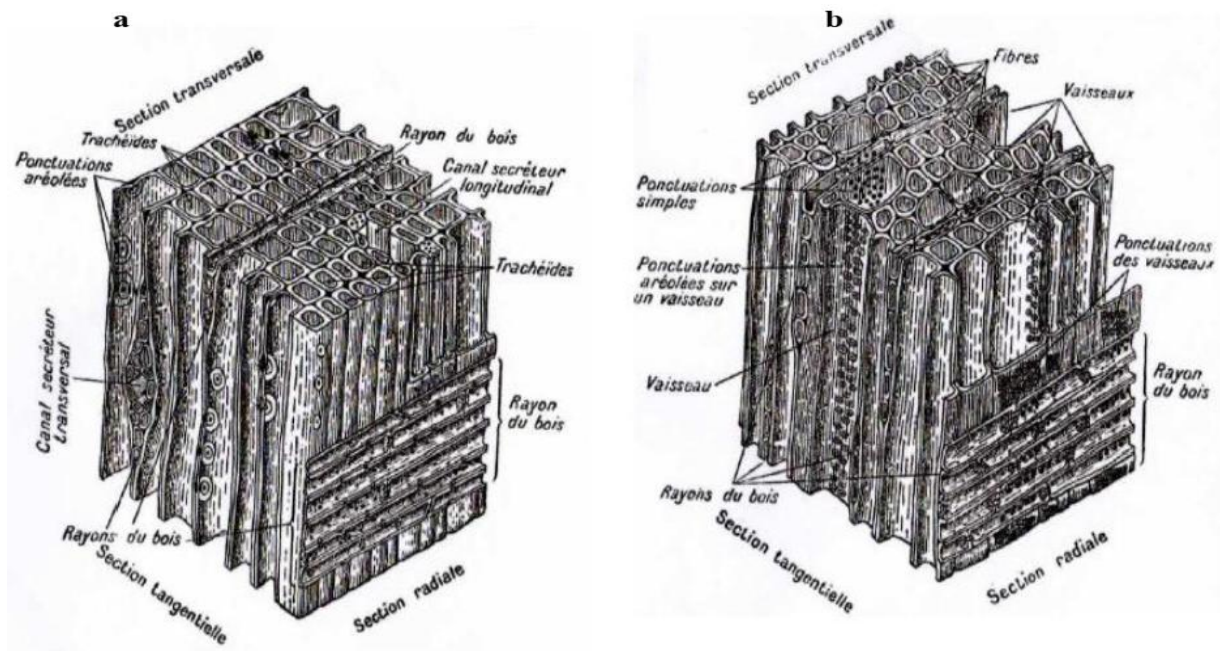


Figure 1 : Structure anatomique des bois [12].
a: résineux ; b : feuillus

L'hétérogénéité du bois a pour origine sa composition en différents éléments résultants du métabolisme de l'arbre. En outre, le bois présente des variabilités étendues sur plusieurs aspects tels que les caractéristiques morphologiques et chimiques. Cette variabilité rend l'utilisation du bois plus complexe [8].

1-2-Définition des bois étudiés

1-2-1-Chêne zeen

Le chêne zeen 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 majestueux, âgés de plus de 550 ans et dont la circonférence peut atteindre huit mètres. En Algérie le chêne zeen occupe 65000 hectares, soit 6,5 de la surface totale boisée [41].

Le chêne zeen 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 [3].



Figure 2 : Arbre de Chêne Zeen (Original ; 2018)

1-2-2-Bois Blanc

Le Bois Blanc appelé le peuplier blanc (*Populus alba* L., 1753), est une espèce très vaste, groupant des types assez divers quant à la rectitude de tronc, à la forme et au duvet des feuilles [31]. Son nom reflète la couleur blanchâtre de son écorce et le dessous blanc argenté de ses feuilles.

Historiquement les peupliers prennent ce nom (peuplier) pour leur implantation par les Romains dans les lieux publics (Rameau in Roiron, 2004). Cette espèce feuillue appartient à la famille des Salicacées. Dans certaines régions, on le surnomme « blanc de Hollande », « bouillard » ou « franc-picard », Abele, Aube, Peuplier à feuille d'érable, Peuplier argenté, Ypréau ou Piboule en anglais White Poplar.



Figure 3 : Arbre de peuplier blanc ²

1-2-3- Bois Rouge

Bois Rouge Généralement appelé Sapin rouge, le Pin Sylvestre est un conifère résineux présent en Europe du Nord et en Sibérie ; il résiste bien au froid intense ainsi qu'à la sécheresse. Cet arbre au long tronc se reconnaît notamment à la couleur orangée de son écorce, à ses aiguilles et ses cônes pointus. Son bois très résineux en fait naturellement un bois tendre qui se laisse facilement travailler; il est particulièrement apprécié par les menuisiers pour réaliser des portes, des placards, du mobilier d'intérieur et peut être employé en extérieur lorsqu'il est traité thermiquement [38].

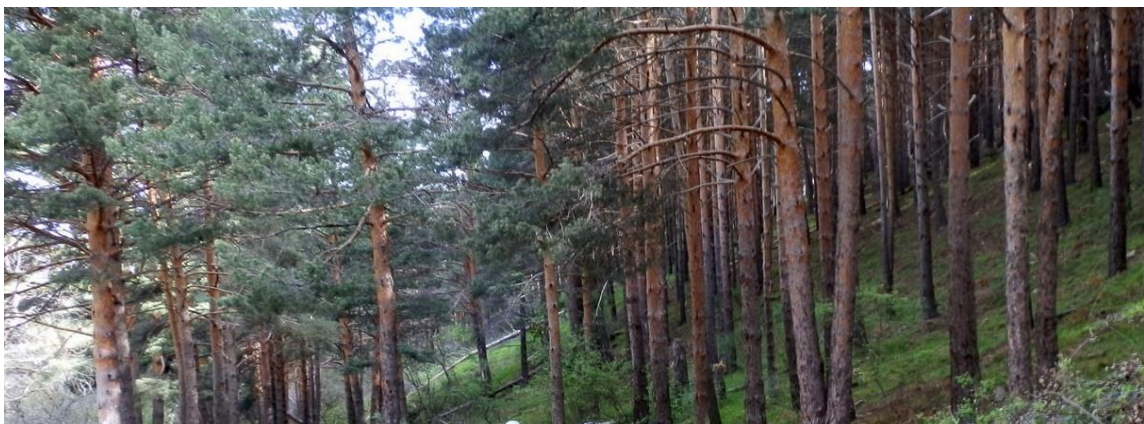


Figure 4 : Arbre de bois rouge (pin finlandais) [38].

Section 02 : teneur et structure du bois

1-3- Variation de l'aspect et de la structure du bois

Malgré l'identité du plan ligneux de tous les individus appartenant à la même espèce, le bois présente des variations

1-3-1-Variation de l'aspect

Coloris variable, épaisseur des couches annuelles différentes, vinage différent, bois comportant plus ou moins de défaut, plus ou moins d'aubier.

1-3-2-Variation de la structure

La structure du bois varie suivant le groupe (Résineux ou feuillu). Chez les résineux nous trouvons qu'un seul type de cellules :

Les trachéides qui servent à la fois à donner la résistance au bois (tissus de soutien) et à conduire l'eau et liquides nutritifs (tissus de conduction).

Elles remplacent à la fois les fibres et les vaisseaux que nous trouvons chez les bois des feuillus[12].

1-4- Structure anatomique du bois

1-4-1- Structure macroscopique du bois

Les éléments principaux sont ceux visibles à l'œil nu, ils permettent une appréciation globale de l'aspect générale du bois et de la disposition de ses tissus les plus apparents [33].

De l'intérieur vers l'extérieur, la Figure 5 représente les principales parties du tronc d'un arbre.

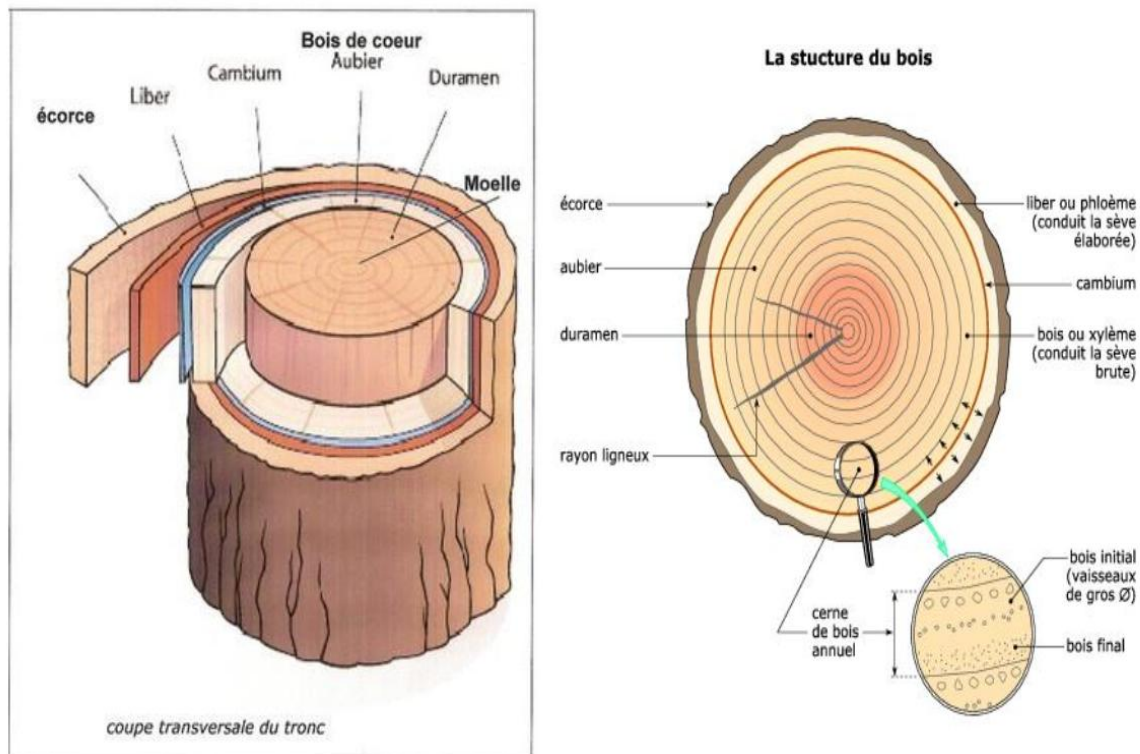


Figure 5 : Coupe transversale d'un tronc d'arbre [15].

- **L'écorce interne (liber):** Couche située entre l'écorce et l'aubier qui par des tubes criblés, assure le transport de la sève élaborée.
- **L'aubier:** L'aubier est la partie de l'arbre juste sous l'écorce généralement tendre et blanchâtre, c'est la partie correspondante aux zones d'accroissement récemment formées contenant des cellules vivantes.
- **Le duramen:** la partie centrale du tronc qui ne contient plus que des cellules mortes, est appelé « duramen », chez certaine essence, dites essences à aubier différencié, le bois du duramen est coloré, il est alors nettement distinct de la couronne d'aubier de couleur plus claire. Cette partie centrale a subi une transformation d'ordre chimique, parfois anatomique, ce sont ces transformations qui constituent la duraminisation. Ce dernier est provoqué et contrôlé par les cellules vivantes de l'aubier, les cellules de parenchyme. On note par exemple, l'élaboration de substances qui vont imprégner le bois, lui conférer sa couleur et une certaine résistance naturelle vis-à-vis des champignons ou des insectes ravageurs [24].

1-4-2- Structure microstructure du bois

L'anatomie de bois feuillus est plus complexe que celle des bois résineux. Durant l'évolution, les cellules des bois feuillus se sont plus fortement différenciées. Le bois des angiospermes, au contraire, contient deux types d'éléments verticaux : des fibres de type trachéide qui assurent le soutien et des vaisseaux qui assurent conduction Figure 6.

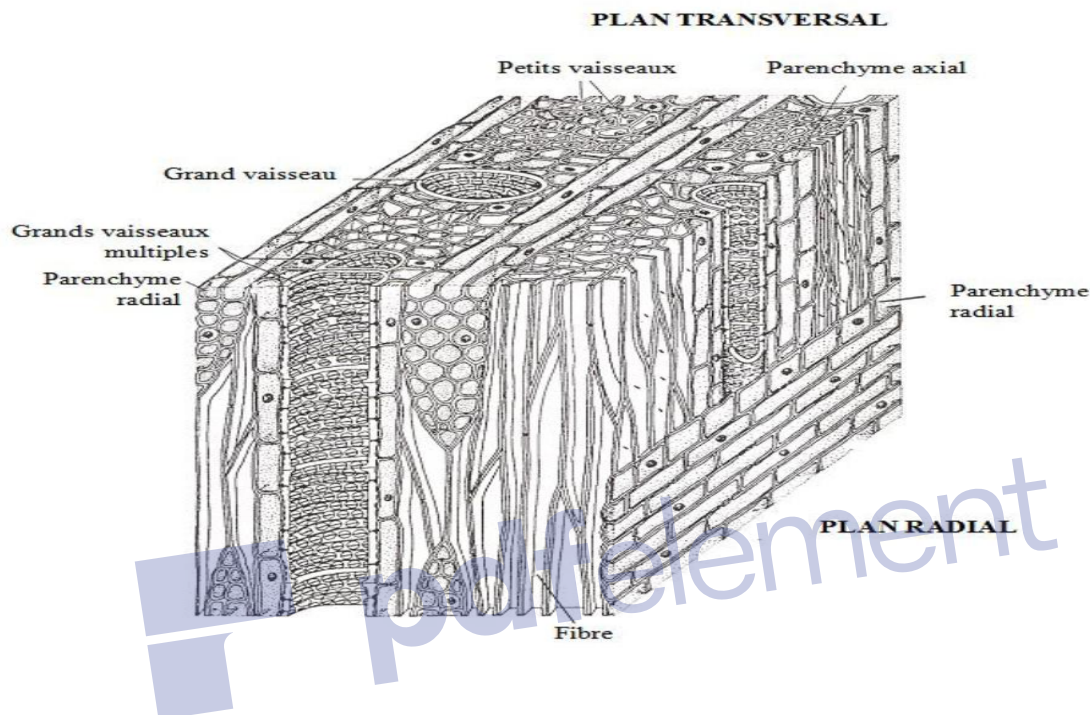


Figure 6 : Plan ligneux des bois feuillus³

1-4-2-1- Vaisseaux

La zone de bois initial (bois de printemps) présente de gros vaisseaux alignés en bandes tangentielles isolés les uns des autres. Leurs diamètres décroissent régulièrement depuis le début jusqu'à la fin du cerne définissant ainsi une zone poreuse [33].

1-4-2-2- Les thylls

Les thylls sont des projections de la paroi tertiaires qui accompagnent la dramatisation, leur rôle réside dans l'obstruction du flux de la sève. L'oxydation de la sève est à l'origine de la modification de la coloration entre l'aubier et le duramen [9].

1-4-2-3- Fibres

Ce sont des éléments diversement ponctués, plus long que les autres éléments, et aux extrémités effilées, ils jouent un rôle essentiel de soutien et de conduction [17].

Leur paroi peut être épaisse, elle confère alors au bois une grande solidité : c'est le bois dur. Si elle est mince, le bois est tendre : c'est le bois appelé « bois blanc » [54].

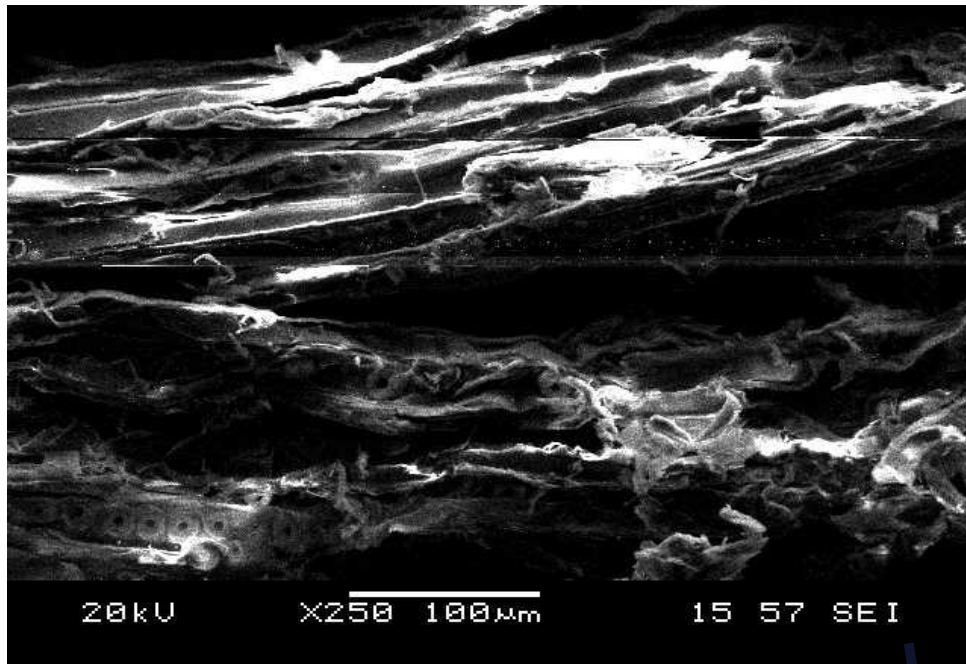


Figure 7 : Microscopie électronique à balayage de fibre de Bois Rouge
(Original ; 2018)

1-4-2-4- Parenchyme

Les cellules du parenchyme ont le même rôle que chez les résineux. La répartition et l'emmagasinement des substances nutritives, sont assumés par ce tissu appelé parenchyme. On les trouve surtout dans les rayons ligneux mais également en files verticales. Ses cellules sont généralement petites, parallélépipédique et leur paroi est généralement lignifiée. Ce sont les éléments vivants du bois, elles contiennent donc encore un noyau et du protoplasme [18]

1-4-2-5- Les rayons ligneux

Les rayons ligneux sont des cellules de réserve à parois épaisses et lignifiées, qui accompagnent le tissu vasculaire. Ces cellules participent en outre à la fonction de soutien, leur orientation est transversale et rayonnante en partant de l'axe longitudinal de l'arbre [54]. La hauteur et la largeur sont particulièrement visibles en section tangentielle et la longueur en section radiale. En section transversale, les rayons ligneux présentent sous forme de lignes radiales [7].

Chapitre

2

Fibres végétales du bois

pdfelement

Section 01 : description des fibres végétales

Les fibres naturelles ont réussi à acquérir un grand intérêt à l'échelle académique et industrielle. Ces fibres sont résistantes, possèdent des densités relativement basses, ont de faibles coûts et proviennent de ressources renouvelables abondantes.

Bien que le bois est un matériau naturel d'origine végétale, composé de fibres de structure complexe. Ces fibres sont constituées de microfibrilles de cellulose de structure cristalline et fibreuse, enrobées de deux types de polymères amorphes : la lignine et les hémicelluloses. Le bois contient également une petite quantité de 2 à 5% en masse de composés organiques de plus faible masse moléculaire et de structures très variées. Ces composés, principalement des sels minéraux et les composés phénoliques, sont désignés en tant qu'extractibles du bois ¹.

Notre étude est portée, sur la caractérisation physico-chimique des fibres des déchets de menuiserie (Bois Blanc et Bois Rouge) et le bois de chêne zeen. Bien qu'il soit un bois hétérogène, caractérisé par une structure très forte, mais il reste très peu valorisé par l'industrie commerciale de la forêt de production existante dans notre pays [27]. C'est dans le contexte de cette problématique que s'inscrit ce travail.

2-1- Fibres végétales du bois**2-1-1- Définition de la fibre végétale**

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [18].

2-1-2 - Structure et morphologie des fibres végétales**2-1-2-1-Morphologie**

En première approche, une fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicelluloses, de pectines et de lignine [1].

Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle microfibrillaire (Figure 8), dont la valeur varie d'une espèce à l'autre.

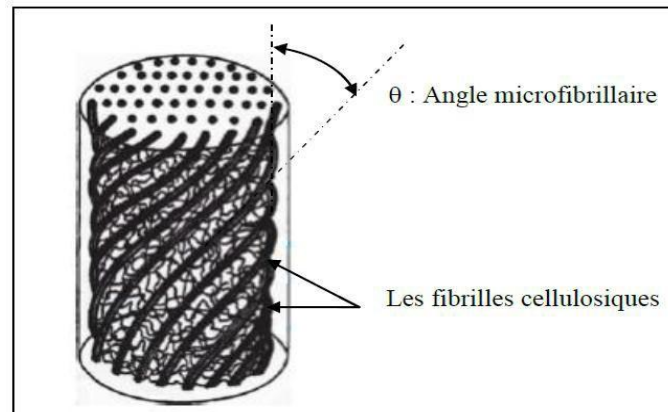


Figure 8 : Structure générale d'une fibre naturelle de bois [36].

L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des microfibrilles augmente, le module d'Young décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [20].

2-1-2-2- Structure

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de microfibrille cellulose en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine [2]. La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de microfibrilles (S1, S2, S3) (Figure 9).

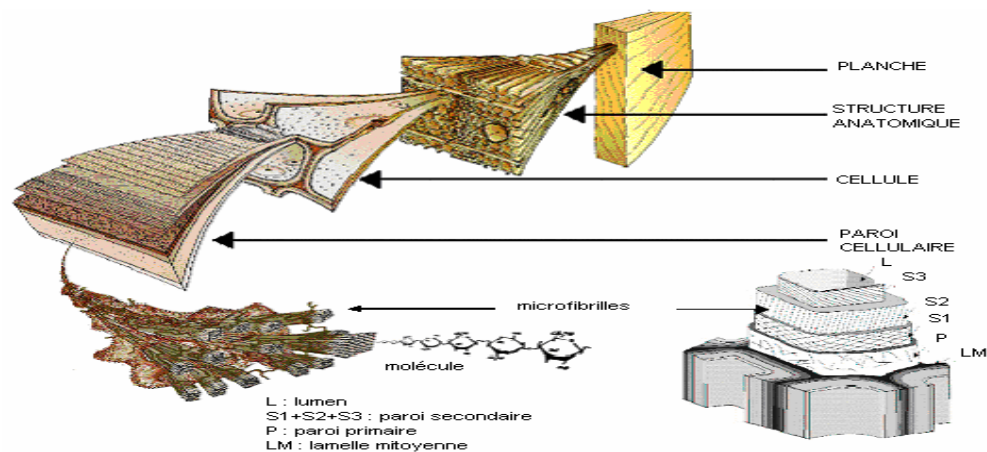


Figure 9 : Structure du bois (observations multi échelles) [21].

Les microfibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro fibrillaire (MAF) dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des microfibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [22].

2-1-3- Composition chimique des fibres végétales

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. Comme nous l'avons vu précédemment les composés les plus majoritaires sont la cellulose, l'hémicellulose, les pectines et les lignines. Ces différents constituants sont agencés de manière très complexe.

Dans le bois, la cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre (**Figure 10**). Les parois extérieures de la fibre sont composées principalement de lignines et d'hémicelluloses et les lamelles de jonction inter fibres sont composées presque uniquement de lignine. Un réseau supplémentaire de pectines (polymères de polysaccharides acides) augmente la complexité de la matrice. Le réseau polysaccharidique peut également être solidifié par un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydroxyproline Rich Glyco Proteins) [20].

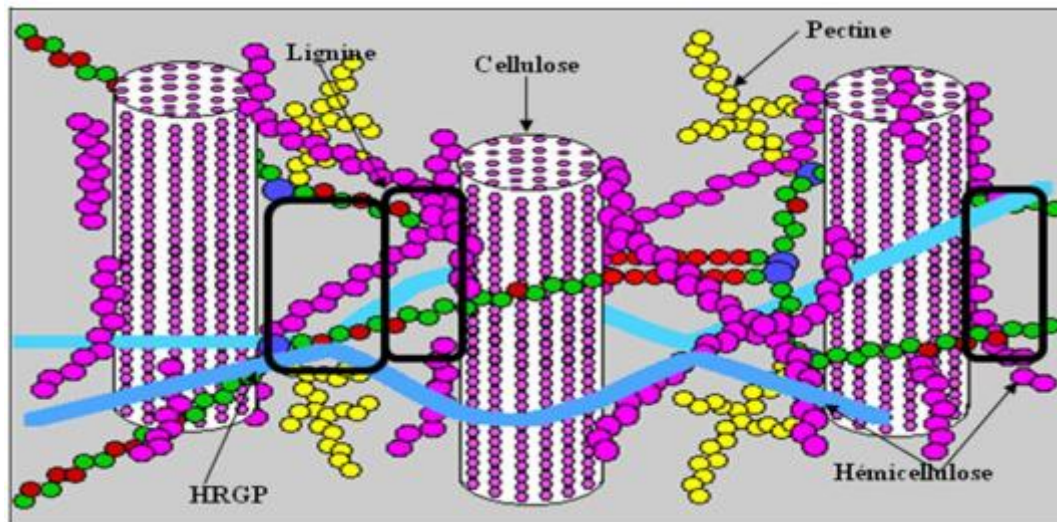


Figure 10 : Représentation schématique d'une fibre de bois [20].

2-1-3-1- Cellulose

La cellulose est le principal composant des fibres végétales et représente la matière la plus abondante sur la surface de la terre (plus de 50 % de la biomasse). C'est un homopolymère linéaire formé d'unités D-glucopyranose liées entre elles par des liaisons de type glycosidique β -(1 $\rightarrow$ 4). Le cellobiose (dimère de glucose) est le motif répétitif de la cellulose [46]. Le schéma de la hiérarchie de la structure dans la fibre cellulosique est représenté dans la (Figure 11).

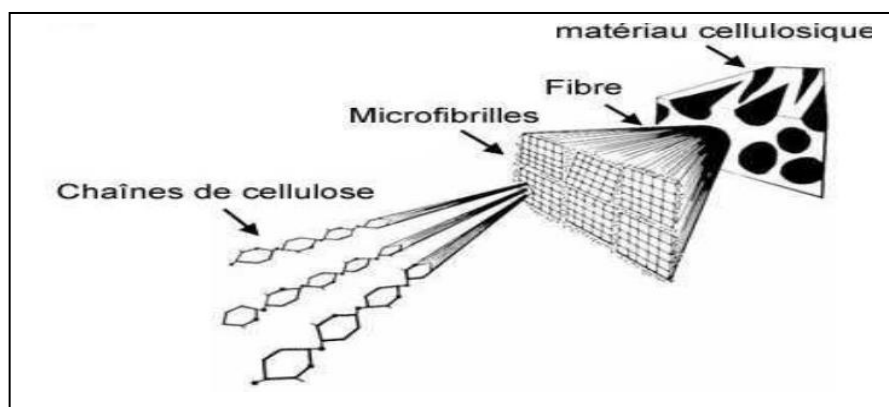


Figure 11 : Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique [46].

Cette conformation explique la linéarité de la molécule qui se trouve stabilisée par un réseau de liaisons hydrogène intermoléculaires et intramoléculaires. Les figures (12-13-14)

présentent la structure chimique de la cellulose, les liaisons hydrogène inter- et intramoléculaires au sein de la cellulose, et la chaîne de cellulose successivement.

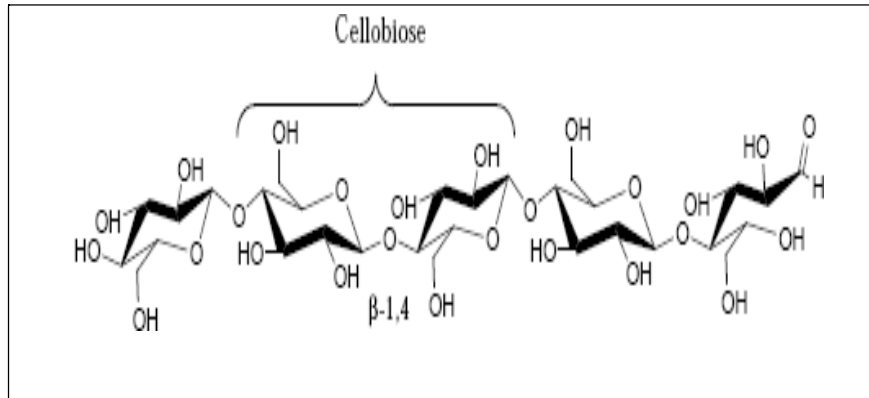


Figure 12 : Structure chimique de la cellulose [46].

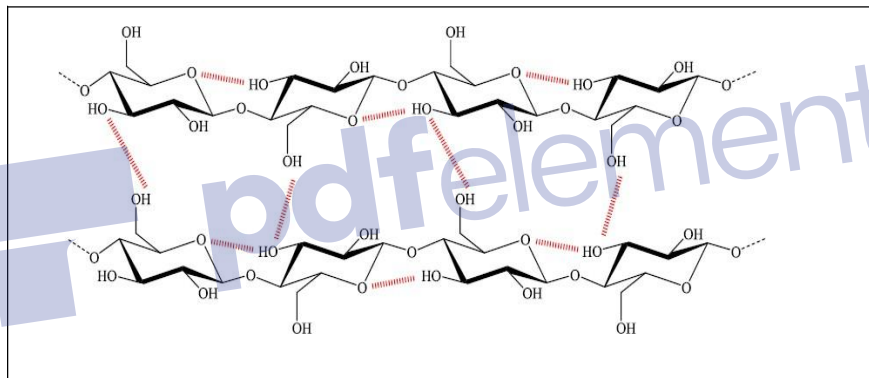


Figure 13 : Liaisons hydrogène inter- et intramoléculaires au sein de la cellulose [46].

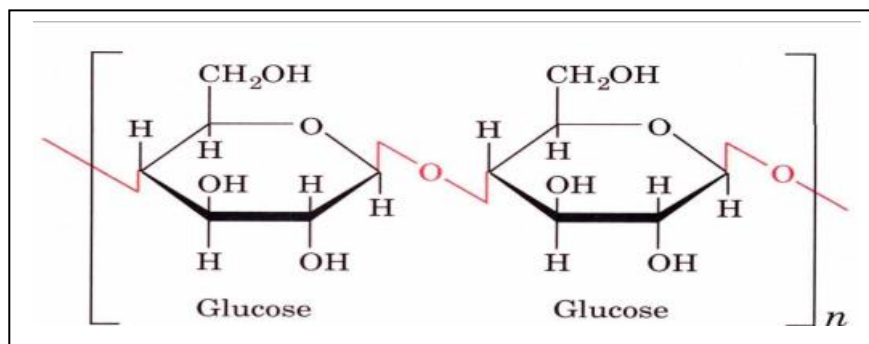


Figure 14 : Représentation de la chaîne de cellulose [43].

n : degré de polymérisation

Le nombre d'unités glucose constituant une chaîne de cellulose, appelé degré de polymérisation DP, dépend de l'origine et du traitement subi par la cellulose au cours de sa purification. Il varie entre 400 et 14000. Le maximum est atteint pour la cellulose native (n'ayant subi aucun traitement). En moyenne, après traitement de purification, les celluloses possèdent un DP de 2500.

Le taux de cellulose peut varier de manière significative et influencer grandement les propriétés mécaniques de la fibre car la cellulose possède une rigidité environ trente fois supérieure à celle des autres constituants [46].

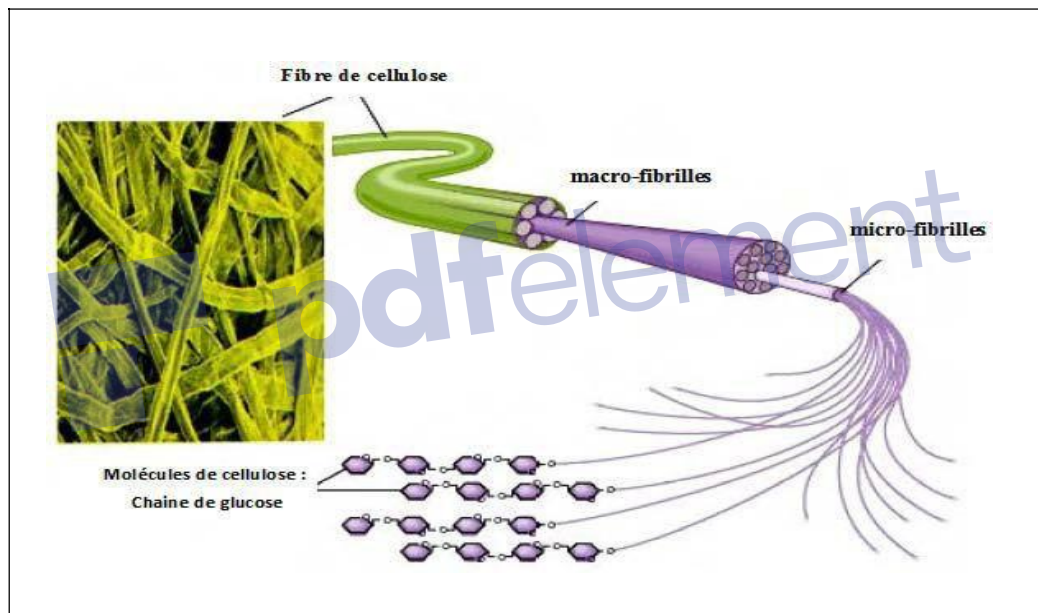


Figure 15 : La structure d'une fibre cellulosique [51].

D'un point de vue cristallinité, la cellulose présente une morphologie semi-cristalline. Le taux de cristallinité de la cellulose est de 40 à 50% pour le bois, 60% pour le coton et dépasse les 70% pour certaines algues marines.

Les microfibrilles de cellulose correspondent à des assemblages entre les chaînes β -(1 $\rightarrow$ 4) Dglucanes par formation de liaisons hydrogènes intermoléculaires. Ce réseau permet de maintenir ensemble les molécules et favorise l'établissement d'un état solide.

ordonné. Le cœur de ces microfibrilles est très cristallin tandis que les chaînes de surface constituent les zones dites amorphes [36].

2-1-3-2-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 16**). Avec la cellulose, elles constituent la paroi cellulaire chez les végétaux [15].

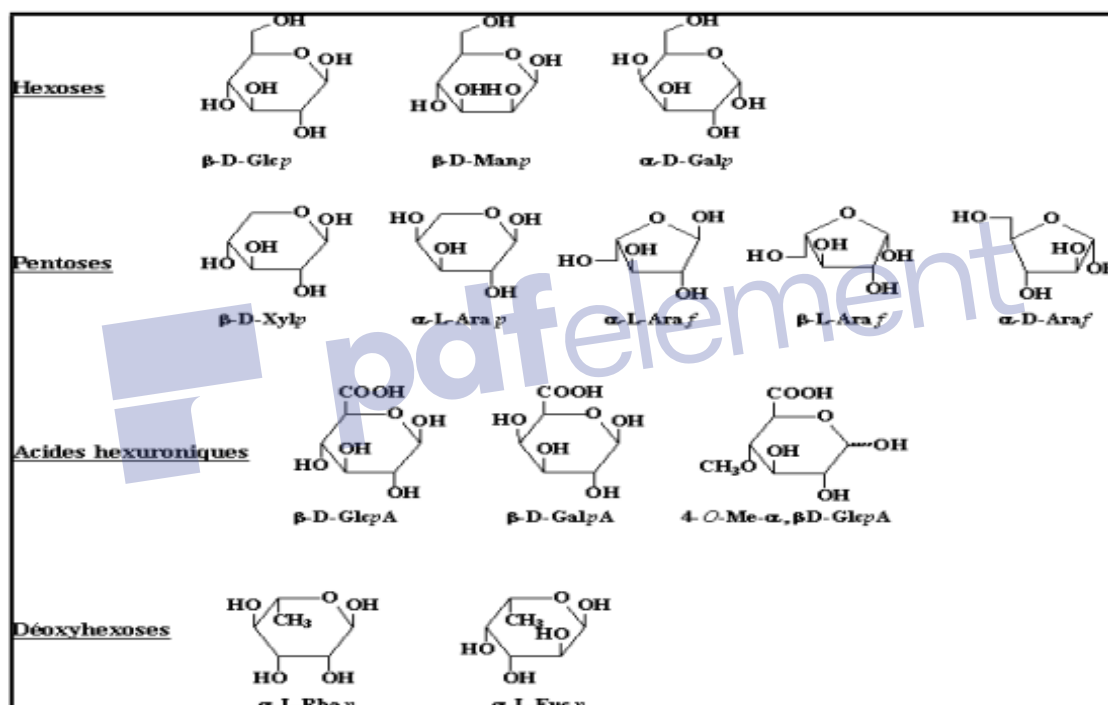


Figure 16 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses [15]

2-1-3-3- Lignine

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou ‘protolignine’ constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C’est la matière ‘incrustante’ de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type pénylopropane: les alcools p-coumarylique,

coniférylique et sinapylique [50] Parce qu'il est impossible d'isoler la lignine native du bois sans la dégrader, sa masse moléculaire reste encore inconnue. Nous pouvons trouver des masses moléculaires approximatives dont les valeurs moyennes sont de 5000 à 10000 g/mol pour les bois durs (des feuillus), et de 20000 g/mol pour les bois tendres (des Résineux). La figure 17 présente les motifs élémentaires de la lignine.

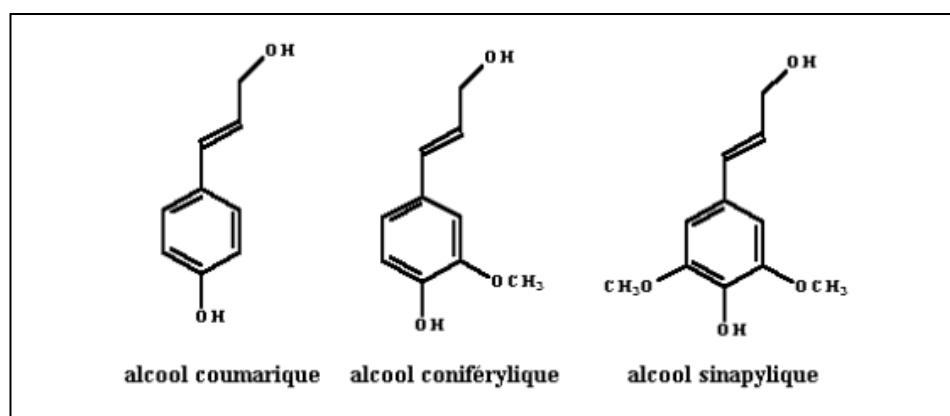


Figure 17 : Motifs élémentaires de la lignine [20].

La lignine est peu sensible à la dégradation biologique et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires [20].

2-1-3-4- Pectines

Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois). Elles jouent le rôle de ciment intercellulaire et contribuent à la cohésion des tissus végétaux [4]. Sur le plan structural, les pectines sont une famille de polysaccharides complexes qui contiennent un enchaînement d'unités d'acide α -D-galacturonique liées entre elles par des liaisons α (1-4), interrompu par la présence d'unités L-rhamnopyranose.

Les pectines portent aussi des substances non sucrées, essentiellement le méthanol, l'acide acétique, l'acide phénolique et parfois des groupes d'amide. L'estérification des résidus d'acide galacturonique avec le méthanol ou l'acide acétique est une caractéristique qui

joue un rôle très important sur les propriétés physicochimiques des pectines particulièrement sur la formation de gel [5].

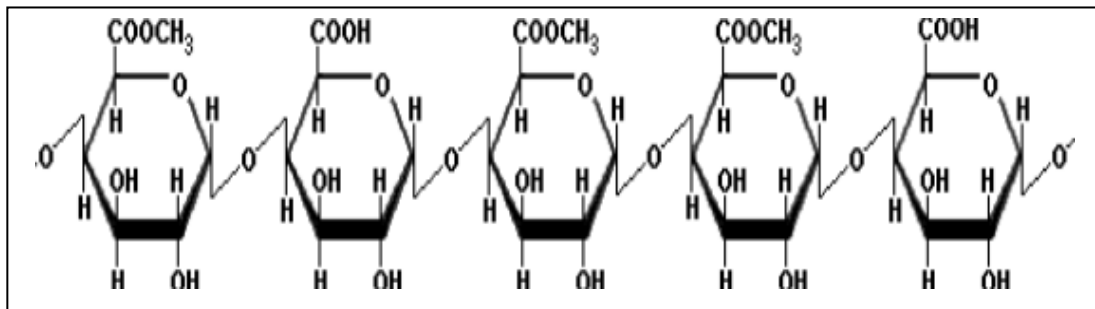


Figure 18 : structure de la pectine [5]

2-1-4- Extractibles

Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques, d'où leur dénomination. La composition en extractibles varie en fonction de l'essence considérée et influe sur la couleur et l'odeur. Il s'agit de tanins, de pectines, de sucre et d'autres composés [45].

Section 02 : mise en pratique de la fibre végétale

2-1-5- Application des fibres végétales

Les fibres naturelles sont actuellement en cours de développement pour remplacer les matériaux traditionnels. Les principaux marchés sont aujourd'hui la construction et l'automobile.

- En construction: les fibres végétales sont utilisées en renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment, profilés de portes, de fenêtre, panneaux décoratifs...etc.
- En automobile: les entreprises comme Opel Audi, BMW, Renault, Ford, Seat, fabriquent des composites renforcés de fibres végétales: garnitures et panneaux de portes, planches arrière, revêtements intérieurs et passage de roues, voûte interne de pneu, pare-choc, tableau de bord,...etc.
- En Infrastructure: Trottoirs, digues, signalisation routières, isolant phoniques...etc.
- Autres applications: les palettes, le mobilier (table de camping ou chaise), équipement de jeux publics [47].

2-1-6- Avantages et inconvénients des fibres végétales

Avantages des fibres végétales	Inconvénients des fibres végétales
▪ Faible densité; ▪ Faible coût ou coût modéré; ▪ Fibres renouvelables par culture; ▪ Faible consommation d'énergie pour leur production; ▪ Fibres biodégradables; ▪ Stock disponible important ;	▪ Fibres hydrophiles; ▪ Stabilité thermique limitée; ▪ Gonflement de fibres; ▪ Propriétés non constantes des fibres, elles dépendent des conditions climatiques [11][14].

 pdfelement

Chapitre 3 Méthodes et Matériels

pdfelement

Section 01 : choix et spécificités du périmètre de l'étude

Le but de ce travail consiste à caractériser les propriétés physico-chimiques des fibres ligneuses du bois de chêne zeen (*Quercus canariensis* Willd), et de rendre compte de ses qualifications dans l'industrie (durabilité, résistance...etc.), par une comparaison de taux de polyphénols avec ceux des déchets de menuiserie (Bois Blanc et Bois Rouge), en utilisant la méthode de la spectroscopie à UV, et la spectromètre proche infrarouge (SPIR). Afin de mieux connaître la structure morphologique de nos échantillons on les fait passer à la microscopie électronique à balayage (MEB)

L'étude a été réalisée dans une partie de la forêt d'Akfadou. Au total, deux stations ont été choisies selon l'altitude (Aksaout à 777m, Agoulmime Aberkane à 1440m).

3-1- 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 quelques 50 km et de la mer méditerranée à moins de 20 km à vol d'oiseau. La forêt d'Akfadou s'étend sur 11000ha, soit 18% de la chênaie caducifoliée d'Algérie [39].

La forêt d'Akfadou est sous régime domanial, et divisée en deux parties : l'Akfadou Ouest et Est, dépendant respectivement de la wilaya de Tizi-Ouzou (4600ha) et de Bejaia (6400ha) [40]. Les stations choisies pour cette étude sont localisées dans la partie Ouest de ce massif délimité au Nord par la route nationale n°12, à l'Ouest par Idjeur, Ath Ziki, à l'Est par Adekar, Sidi Aich et au Sud par Chemini (Bejaia).



Figure 19 : Image satellite des différentes stations choisies dans la région d'Akfadou E (1 /50.000) (Google earth, 2018).

3-2- Choix des stations, échantillonnage et acquisition de données

La forêt d'Akfadou est caractérisée par une variabilité topographique, édaphique, géologique et floristique. Cette multitude de facteurs physiques crée de nombreuses conditions microclimatiques, d'où une différence à l'échelle des peuplements. Le choix des stations a été dicté par deux impératifs essentiels. D'une part, la station doit être homogène en terme de densité et se trouvant dans une « ambiance forestière ». De ce fait, nous avons choisi des stations plus représentatives de l'Akfadou (Akfadou à 777m, Agoulmim Aberkane à 1440m), tout en excluant les zones perturbées. Aussi, le site choisi doit pouvoir être appréhendé comme une station forestière, homogène sur les plans climatiques, édaphique, topographique et fournit une même production pendant la même période d'aménagement. Cependant, il ne faut pas oublier que le facteur écologique « altitude », qui est un facteur prépondérant [49].

Section 02 : caractérisation physique et chimique du bois

3-3- Caractérisation physico-chimique des fibres de bois

Matériel végétale

Le matériel végétal utilisé dans cette étude est le bois de chêne zeen, les déchets de menuiserie (Bois Blanc et Bois Rouge). Les échantillons (Figure 20) sont des poudres très finement broyées puis tamisées.

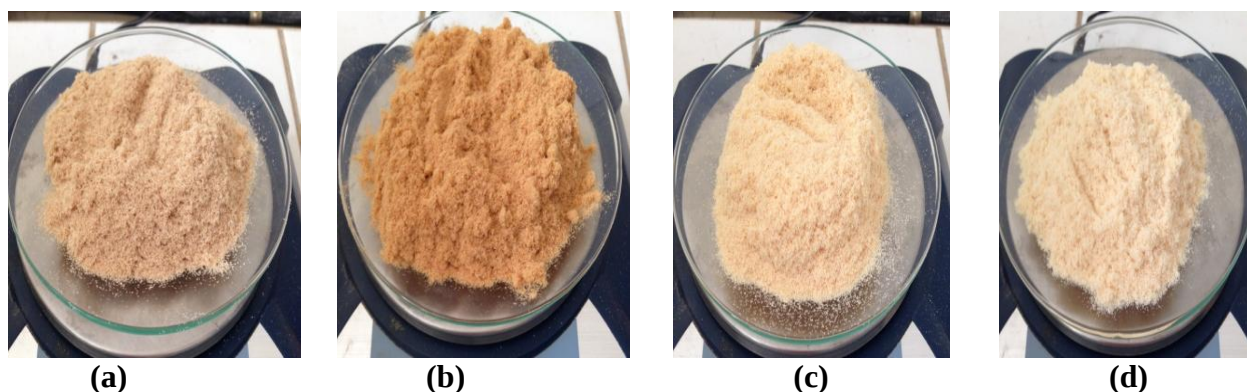


Figure 20 : Échantillons à analyser (poudre de bois de chêne zeen et déchets de menuiseries)

(a) Chêne Zeen 2010 ; (c) Bois Rouge 2016

(b) Chêne Zeen 2016 ; (d) Bois Blanc 2016

(Originale, 2018)

3-3-1- Caractérisation physique des fibres du bois

3-3-1-1- Granulométrie de la fibre du bois de chêne zeen et déchets de menuiserie.

➤ Mode opératoire

- Emboîter les tamis utilisés l'un sur l'autre, et s'assurer que les dimensions sont disposés correctement dans le sens croissant (45 μ m vers 4 mm).
- Une répétition est effectuée sur les autres échantillons
- Peser et noter le refus de chaque tamis.
- Peser le dernier tamisat (fond plein) pour savoir la précision de l'essai.

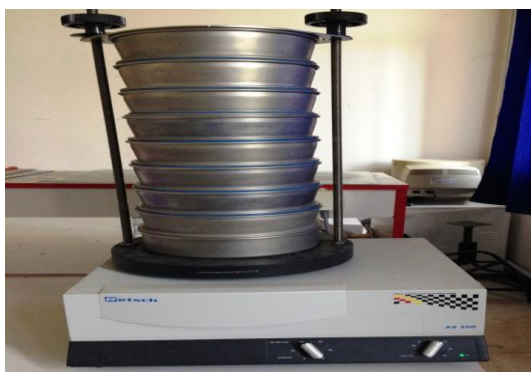


Figure 21 : Tamis (Originale, 2018)

Une fois les sciures sont broyées, on fait passer nos quatre échantillons à analyser dans le tamis pour voir le diamètre qu'il faut pour notre étude.

3-3-1-2- Mesure de taux d'humidité

La détermination expérimentale de la teneur en eau dans le bois peut se faire de diverses manières, dans notre cas on choisie la suivante :

- Mesure par pesée : Le taux d'humidité (H) d'un échantillon de bois s'exprime en pourcentage. Il est égal à la masse d'eau comprise dans l'échantillon (M_H) par rapport à la masse anhydre M_O .

Le Calcul du pourcentage du taux d'humidité H est donné selon la formule (1)

$$H(\%) = \frac{(M_H - M_O)}{M_O} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

M_H : Masse de l'échantillon à l'air ambiant (en g) ;

M_O : Masse de l'échantillon anhydre (en g) ;

La norme française (NF B 51-004 février 1942) préconise de mesurer la masse anhydre d'un échantillon après séchage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'à obtention d'une masse constante [30]. Pour réaliser cette expérience, nous avons suivi la méthode décrite ci-dessous.

➤ Mode opératoire

- Peser la tare à vide,
- Prendre 2 g pour chaque échantillon de diamètre 250µm et 125µm,
- Placer les quantités déterminées des échantillons humides à tester dans les tars et les numéroté ;
- Peser l'ensemble et l'introduire dans une étuve pendant 24 heures à température de 105°C,
- Après dessiccation, peser l'ensemble une seconde fois,
- déduire les masses humide et sèche de l'échantillon et calculer la teneur en eau (W).



(a)



(b)

Figure 22 : Différentes étapes de mesure de taux d'humidité

(a) Echantillons (la farine du bois) ; (b) Etuve à T=105°C pendant 24 h.

(Originale, 2018).

3-3-2- Caractérisation chimique des fibres du bois**3-3-2-1- Mesure du taux de Cendre**

Le taux de cendres est le résidu en sels minéraux et en matières inorganiques obtenu après combustion de la fibre à température égale à $575 \pm 25^\circ\text{C}$ [35]. Afin de réaliser cette expérience, nous avons suivi la méthode décrite ci-dessous.

➤ Mode opératoire

- Peser les creusets à vide.
- Prendre 2 g pour chaque échantillon et l'additionner avec le poids de creuset.
- Mettre l'ensemble dans le four à moufle à une température de 550°C pendant 3h30 (les 30 minutes c'est la durée que prend le matériel pour atteindre la température voulue).

- Mettre en suite les échantillons dans le cristallisoir qui contient de la silice (la silice pour éviter le phénomène de l'absorption de l'humidité de l'air).
- Peser alors les creusets pour déduire le poids des cendres (matière minérale).

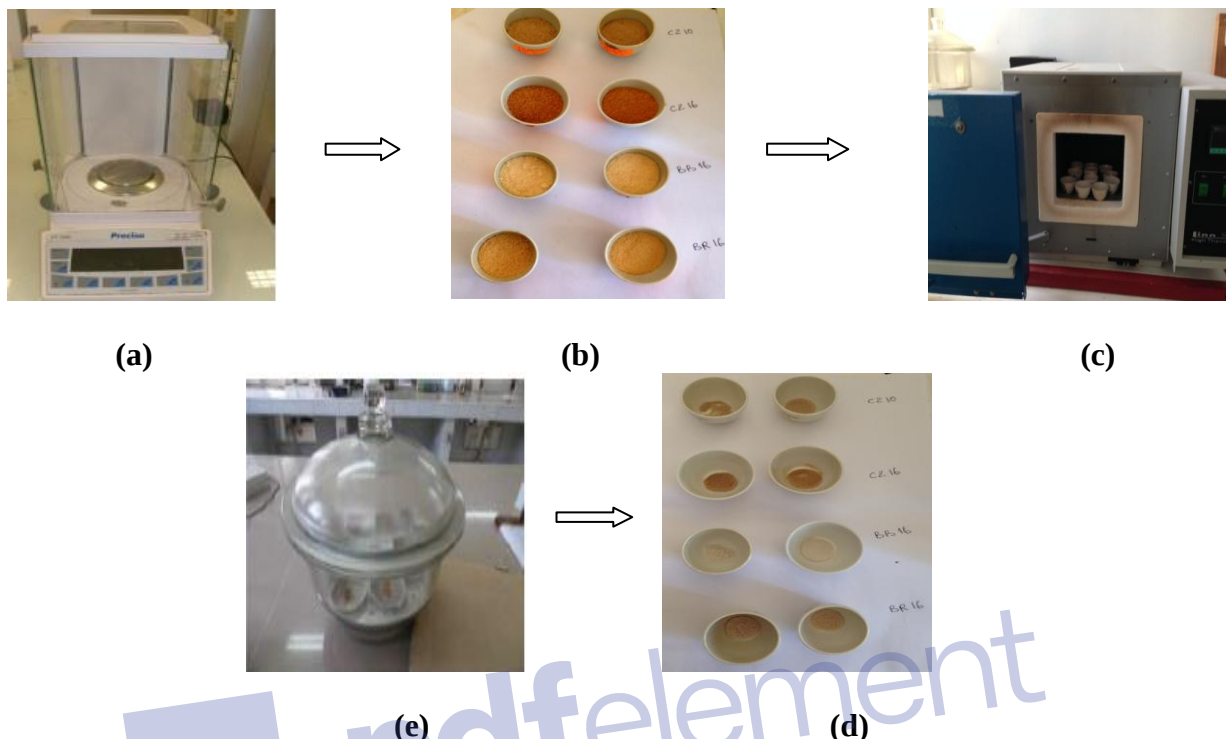


Figure 23: Différentes étapes de mesure de taux de cendre

(a) Balance « précise » ; (b) Echantillon du bois ; (c) Four à moufle T=550°C 3h30 ;
(d) Cristallisoir ; (e) Cendre.

(Originale, 2018).

3-3-2-1-1- Expression des résultats

Pour calculer la teneur en cendre on utilise la formule (2) :

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

W : Teneur en cendres (g).

m₁ : Poids de creuset avec les cendres (g).

m₂ : Poids de creuset vide (g).

m₀ : Prise d'essais (2g).

3-3-2-2- Extraction des composés phénoliques

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.

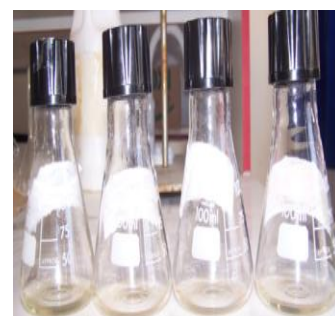
Quatre pesées de 50mg de chaque échantillon (Chêne zeen, bois blanc, bois rouge et écorces de chêne zeen) sont préparées à l'aide d'une balance à 0.0001 de précision.



(a) Echantillon en poudre

Figure 24 : Préparation de l'échantillon
(Originale, 2018)

Par la suite, chaque échantillon est mélangé avec le méthanol à 80% (80% de méthanol+20% d'eau distillée), puis ces dernières seront mises sous agitation pendant 30 ; 60 ; 90 ; et 120 mn.



Agitateurs à différent temps $\Rightarrow$ Filtration $\Rightarrow$ Récupération des filtrats

Figure 25 : Préparation des filtrats

(Originale, 2018)

3-3-2-3- Dosage des polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols a été effectué à l'aide d'un spectrophotomètre à UV visible. La technique donne directement la densité optique de l'échantillon. 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 optique mesurées.

3-3-2-3-1- Principe

Ce dosage est basé sur la quantification de la concentration totale de groupements hydroxyles présents dans l'extrait. Le réactif de Folin-Ciocalteu caractérisé par une solution jaune acide contenant un complexe polymérique d'ions (hétéropolyacides). En milieu alcalin, il consiste à oxyder les phénols en ions phénolates et réduit partiellement ses hétéropolyacides, d'où la formation d'un complexe bleu [42]. Afin de déterminer la teneur des phénols totaux on suit les étapes suivantes :

- Mélanger 0,5ml de la solution à doser ou du filtrat avec 2,5ml de réactif du folin dilué 10fois (c'est-à-dire 2,5ml de Folin dilué dans 25ml d'eau distillée).
- Après 1 mn de contact du Folin avec le filtrat, ajouter 2ml de Na_2CO_3 (carbonate de sodium) à concentration 74g/l, mettre chaque mélange dans un tube à essai.
- Mettre les tubes à essai dans le bain-marie à température $T = 50^\circ\text{C}$ pendant 5mn.
- Mesurer ensuite l'absorbance de chaque échantillon à une longueur d'onde de 760nm

Les étapes du dosage ont été faites au laboratoire de chimie faculté de biologie au campus de TAMDA.

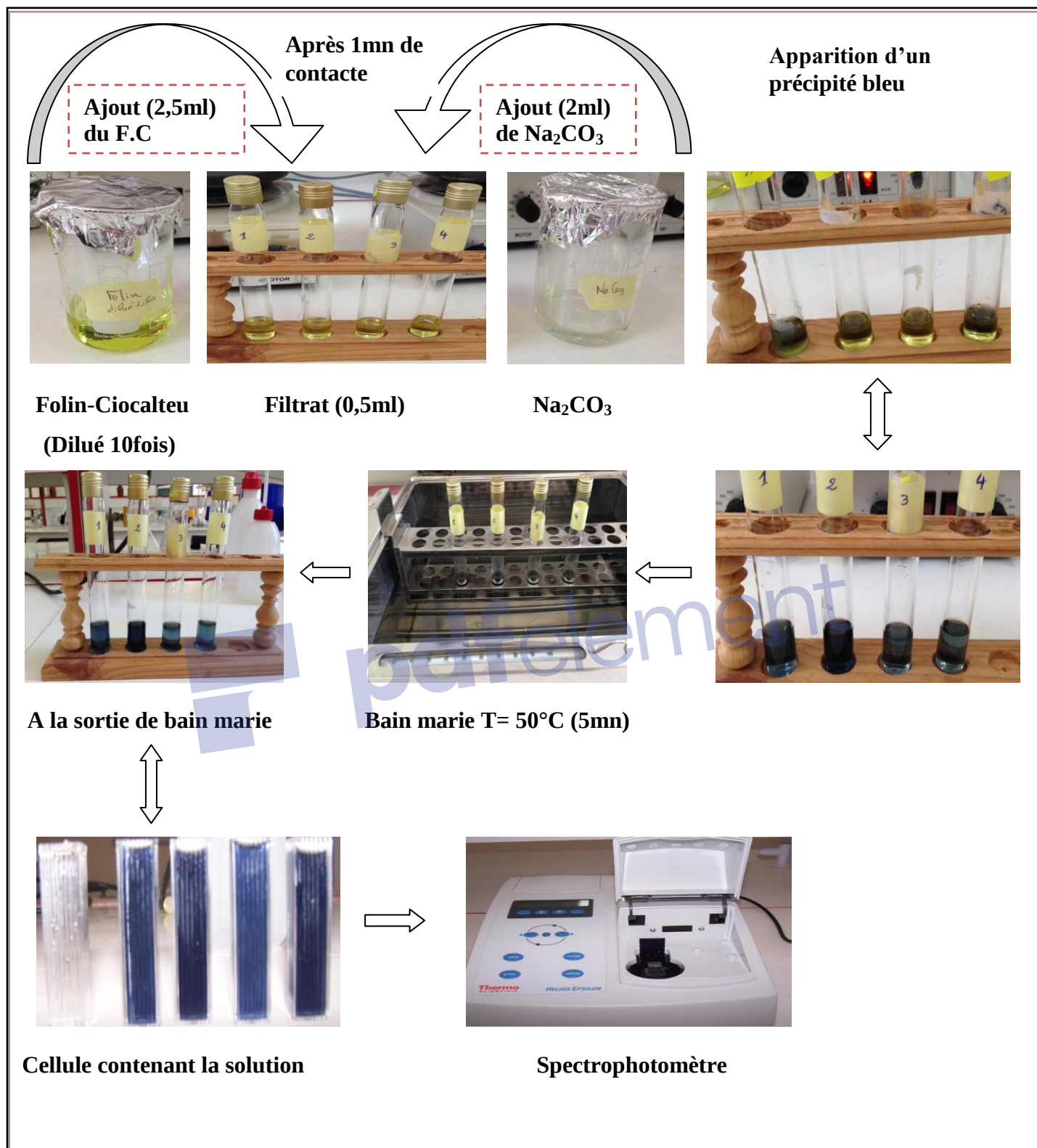


Figure 26 : Dosage des polyphénols
(Originale, 2018)

3-3-2-3-2- Courbe d'étalonnage

- On pèse 0,5g d'acide gallique, on le dissout dans un litre d'eau distillée ;
- En suite, il s'agit de préparer quatre solutions filles de concentration de 0,06 ; 0,12 ; 0,20 et 0,28 g/L à partir de la solution mère d'acide gallique à 0,5g/L.

Le pourcentage en polyphénols (équivalents en acide gallique) est calculé selon l'équation (3)

$$\text{Phénols totaux (\%)} = [(C \times V) / (1000 \times m)] \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

C : Concentration en équivalent acide gallique (en ppm) ;

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

m : Poids de l'échantillon à l'état frais (0,05g).

3-3-2-4- Dosage de la cellulose

Le dosage de cellulose a été réalisé au sein de l'ONAB Nutrition Entreprise Publique

➤ Mode opératoire

- Prendre 0,5 g (P_e) de l'échantillon dans l'ermeneyer à col rodé de 250 mL.
- Ajouter 50 mL de H_2SO_4 .
- Chauffer pendant 30 min (attaque acide).
- Verser dans les tubes de centrifugation et centrifuger pendant 30 min.
- Jetez le surnageant et rincer l'ermeneyer à l'eau distillée.
- Mettre quelques gouttes d'indicateur coloré et neutraliser avec NaOH, puis recentrifuger pendant 30 min.
- Jetez le surnageant, récupérer le culot avec 50 mL de NaOH et chauffer pendant 30 min (attaque basique).
- Jetez le surnageant et rincer l'ermeneyer à l'eau distillée.
- Mettre dans le tube quelques gouttes d'indicateur coloré et neutraliser avec l'acide.
- Recentrifuger pendant 30 min.
- Récupérer le culot dans des creusets en porcelaine, séchez toute une nuit à 50°C puis pesez P_1
- Mettre au four à 550°C pendant 3 heures et pesez P_2 .

Calcul du pourcentage du taux de cellulose $\mathcal{C}$ est donné selon la formule (4).

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

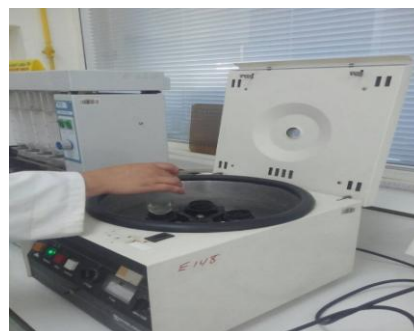
P_1 Poids du culot après le séchage.

P_2 : Poids du culot sec.

P_e : Poids de l'échantillon.



Montage d'extraction de la cellulose



Centrifugeuse

**Figure 27 : Technique du dosage de cellulose
(Originale, 2018)**

3-3-2-5- Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR)

La spectrométrie proche infrarouge (**Figure 28**) il s'agit d'une technique analytique basée sur le phénomène d'absorption des rayonnements infrarouge de la matière organique représentée par le bois de chêne zeen et déchets de menuiserie dans notre étude. Il s'agit d'une spectroscopie vibrationnelle permettant de mesurer les vibrations de chaque atome d'une molécule. Les spectres proches infrarouge (PIR) obtenus correspondent à l'absorption des bandes harmoniques et des bandes de combinaisons des vibrations fondamentales telles que C-H et O-H.

Dans le proche infrarouge, la mesure spectrale repose sur l'évaluation de la quantité de lumière qui n'a pas été absorbée par l'échantillon. Le domaine spectral de cette technique d'analyse est situé entre 800 et 2500 nm soit 12500-4000 cm^{-1} (nombre d'onde).

A la différence de la spectrométrie en moyen infrarouge, il est très difficile d'assigner telle ou telle bande d'absorption à une molécule mais plutôt à une déformation physique de la molécule sous l'effet des vibrations dues au rayonnement. Nous utilisons ici la

SPIR à des fins quantitatives pour établir des modèles de calibration à l'aide d'algorithmes mathématiques et permettre la prédiction de plusieurs paramètres chimiques du bois grâce aux spectres PIR.

➤ Mode opératoire

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

Dans un premier temps, un alignement du faisceau est réalisé en plaçant une pastille en *Spectralon* (car le téflon n'absorbe pas en infrarouge) sur la fenêtre d'analyse ainsi qu'un background permettant de calibrer l'appareil. Un alignement est réalisé toutes les heures pour éviter d'avoir un écart lors de la prise des spectres.

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.

Ce pendant, 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.

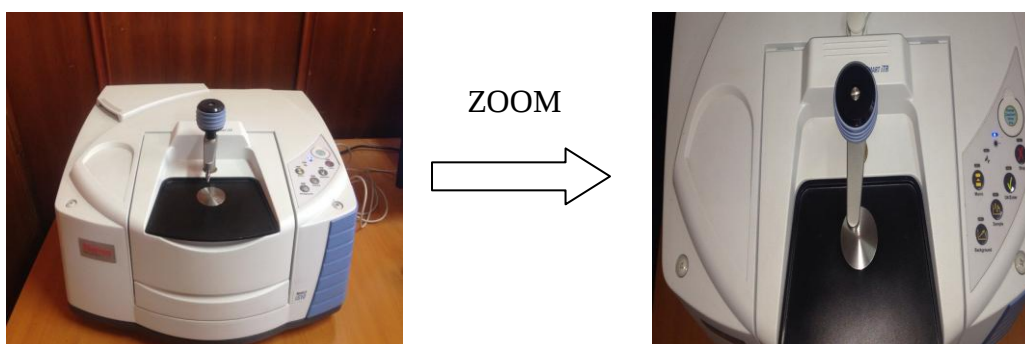


Figure 28 : Spectromètre Proche Infrarouge (SPIR) « Spectromètre Nicolet iS10 FT-IR »
avec un zoom sur le placement des échantillons à analyser
(Originale, 2018)

Section 03 : caractérisation anatomique**3-3-3- Microscopie électronique à balayage (M.E.B.)****3-3-3-1-Principe**

La microscopie électronique à balayage (MEB) consiste à balayer la surface d'un échantillon par un faisceau focalisé d'électrons accélérés à des tensions de 5 à 30 kV. Ces électrons vont interagir avec la surface de l'échantillon. Les deux principaux types d'électrons réémis par la surface sont:

- Les électrons rétrodiffusés, renvoyés par l'échantillon après des chocs élastiques avec la cible. Leur énergie est à peu près égale à celle des électrons incidents.
- Les électrons secondaires, émis après des interactions de la cible avec des électrons incidents ou rétrodiffusés. Ils sont de faible énergie (typiquement 5 à 50 eV).

Le signal émis en chaque point de la surface de l'objet est capté et amplifié par différents types de détecteurs. Le balayage du faisceau est synchronisé avec celui d'un écran vidéo, permettant la formation d'une image composite modulée par l'intensité du signal détecté.

3-3-3-2- Equipement

Les structures microscopiques des différents échantillons des sciures de bois, ont été analysées avec un microscope électronique à balayage de type JEOL JSM-6360 Scanning Electron Microscope. Au niveau du laboratoire de recherche faculté mécanique à l'Université de Bab Ezzouar (Houari Boumedienne).

3-3-3-3- Préparation des échantillons et appareillage

Les échantillons ont été préparés par fracture de films composites trempés au préalable dans de l'azote liquide. Les fragments de films ont été déposés sur des plots métalliques recouverts d'adhésif. Le matériau composite étant isolant, les surfaces fraîchement fracturées ont été rendues conductrices par évaporation d'une couche d'or de 3 nm d'épaisseur à l'aide d'un métalliseur Cressington 108 Sputter coater.



**Figure 29 : Microscope électronique à balayage «JEOL JSM-6360 »
(Originale, 2018)**

pdfelement

Chapitre

4

Interprétation des Résultats

Section 01 : caractérisation physique

4-1- caractérisation physique

4-1-1- Granulométrie de la farine de bois

Pour ce faire, on a fait passer la farine (poudre) de bois de chêne zeen et les déchets de menuiserie (Bois Blanc, Bois Rouge) à travers des tamis d'ouvertures de mailles décroissantes (4 mm vers 45µm). Le refus de chaque tamis est ensuite pesé .Le tableau I résume les refus des échantillons à différentes mailles, qu'on a obtenue lors de notre manipulation au laboratoire de géologie faculté de biologie au campus de TAMDA.

Tableau I : les Refus des échantillons à différentes Mailles.

Maille	Refus(g)			
	Chêne Zeen 2010	Chêne Zeen 2016	Bois Rouge 2016	Bois Blanc2016
4	0	13,72	0	0
2	0,31	2,03	0	0
1	1,56	28,65	0	0,01
500	12,78	52,42	0	0,18
250	47,26	37,83	61,1	73,86
125	73,42	36,53	129,48	76,85
63	42,4	19,73	8,67	3,31
45	11,04	6,76	0,63	0,09
Fond plein	11,23	2,33	0,12	0,7
Masse total	188,77	197,67	199,88	154,3
Masse Initial	200	200	200	155

D'après le tableau suivant, l'examen granulométrique des échantillons donne des indications sur le degré de finesse de la mouture des fibres analysées. Nous avons choisi deux diamètres 250 µm et 125 µm afin de mieux caractériser les fibres.

4-1-2- Détermination du taux d'humidité

Le résultat de calcul est résumé dans les tableaux (II) et (III) successivement pour les deux diamètres 250 µm et 125 µm.

Tableau II : Résultats de calcul du taux d'humidité à 250 μ m.

Fibre de bois	Taux d'humidité (%)
Chêne Zeen 2010	4,55%
Chêne Zeen 2016	7,98%
Bois Blanc 2016	6,63%
Bois Rouge 2016	6,00%

Tableau III : Résultats de calcul du taux d'humidité à 125 μ m.

Fibre de bois	Taux d'humidité (%)
Chêne Zeen 2010	4,31%
Chêne Zeen 2016	7,77%
Bois Blanc 2016	5,95%
Bois Rouge 2016	5,58%

Après le séchage du bois pendant 24h à une température de 105°C, on constate que toute l'eau s'est évaporée, il ne reste que la matière minérale et organique.

Les résultats du calcul révèlent une légère différence du taux d'humidité dans les deux diamètres, car on remarque que la diminution du diamètre de la fibre conduit à un séchage plus rapide et que l'augmentation du diamètre de fibre de bois provoque l'augmentation de sa teneur en eau. Cela est dû à la diffusion de l'eau dans les parois. Au début du séchage, les surfaces sont saturées en eau, le passage de l'air chauffé provoque l'évaporation de cette eau dans la surface. Comme on remarque que les taux d'humidités chez le bois de chêne de zeen 2010 est inférieur à celui de 2016, cela est dû que la fibre du bois avec le temps l'eau qui se trouve dans les parois cellulaires sèchent et se rétrécissent. Lorsque le bois sèche, ses propriétés de résistance s'améliorent, alors que l'humidité descend en dessous du point de saturation des fibres. Comme 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) et le caractère hydrophile de la fibre.

Section 02 : caractérisation Chimique

4-2- caractérisation chimique

4-2-1- Détermination du taux de Cendre

Les tableaux (IV) et (V) résument successivement les résultats du taux de cendre dans les deux diamètres 250 μm et 125 μm .

Tableau IV : Résultats de calcul du taux de cendre à 250 μm

Fibre de bois	Taux de cendre (%)
Chêne Zeen 2010	0.22%
Chêne Zeen 2016	0.495%
Bois Blanc 2016	0.405%
Bois Rouge 2016	0.705%

Tableau V : Résultats de calcul de taux de cendre à 125 μm

Fibre de bois	Taux de cendre (%)
Chêne Zeen 2010	0.31%
Chêne Zeen 2016	0.51%
Bois Blanc 2016	0.65%
Bois Rouge 2016	0.73%

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, les particules de granulométrie à 125 μm ont des taux de cendres bien supérieurs aux granulométries à 250 μm chez nos quatre essences. Dans les deux diamètres, on remarque que la teneur en cendre la plus élevée est pour le bois rouge contrairement aux bois de chêne zeen et bois blanc.

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 (bois rouge résineux et chêne zéen, bois blanc sont feuillus). 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, les branches plus que le tronc et le tronc plus que les racines, sachant que notre bois a été pris du duramen.

4-2-2- Détermination des taux de phénols totaux dans le bois de chêne zéen et les déchets de menuiserie

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). L'absorbance est étroitement corrélée à la concentration de l'acide gallique utilisée dans la gamme d'étalonnage avec un R^2 de 0,990 (Figure 30).

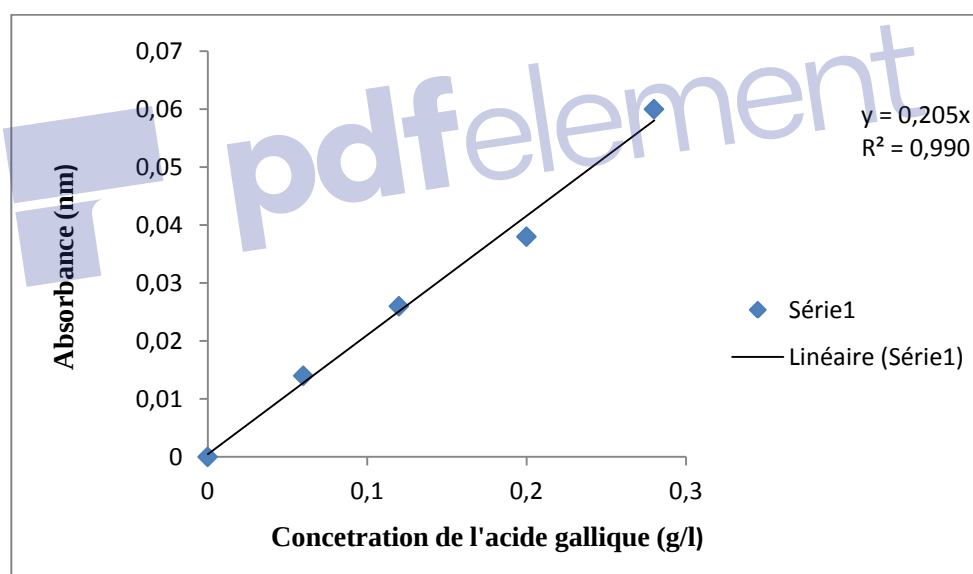


Figure 30 : Courbe étalon avec l'acide gallique à 0,5g/L
(Annexe 4)

La figure 31 montre la variation des teneurs en polyphénols totaux de différentes essences. Obtenue lors de notre manipulation au laboratoire de Chimie à l'Université de TAMDA.

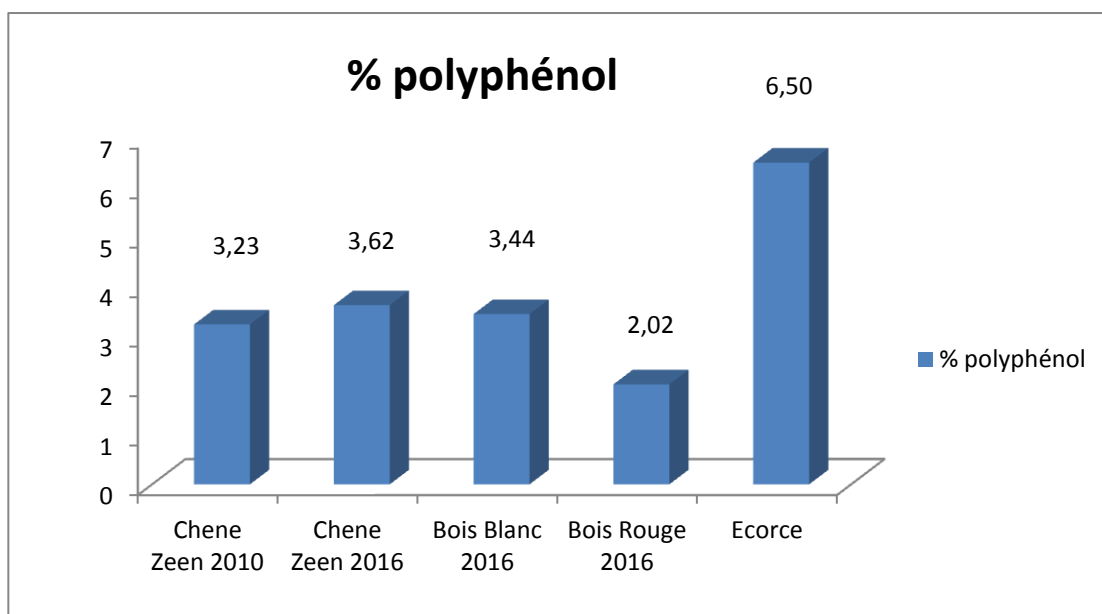


Figure 31 : Histogramme de taux de phénol totaux

D'après les résultats obtenus nous remarquons que la teneur des polyphénols totaux varie d'une essence à l'autre, dont on observe une forte teneur de 6,5% pour l'écorce.

Cela peut être expliqué par l'effet de l'endroit où ils ont été extraits, car les composés phénoliques peuvent être influencés par les facteurs climatiques et environnementaux comme : les précipitations, la lumière, la topographie, la saison et le type de sols [29].

D'autres facteurs peuvent influencer la teneur en polyphénols et expliquer les variations observées au sein de l'espèce végétales : les méthodes d'extractions employées, la nature chimique des produits à extraire, etc. [16].

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 [37]. 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 polyphénol.

4-2-3- Détermination du taux de cellulose

La cellulose est la matière végétale la plus abondante dans la nature. Étant le constituant qui assure la protection et le soutien dans les cellules végétales, elle est directement élaborée dans la paroi de ces cellules au niveau de la membrane plasmique. La teneur en cellulose dans les cellules végétales n'est pas constante et elle varie d'une espèce à l'autre [19,25] comme l'indique le tableau VI.

Tableau VI : Répartition moyenne (% en masse) des principaux composés chimiques dans les bois feuillus et résineux [44]

	Résineux	Feuillus
Cellulose	42±2	45±2
Hémicellulose	27±2	30±5
Lignines	28±3	20±4

La figure 32 résume les résultats du taux de cellulose de nos échantillons obtenus au sein de l'Entreprise Publique Economique ONAB Nutrition.

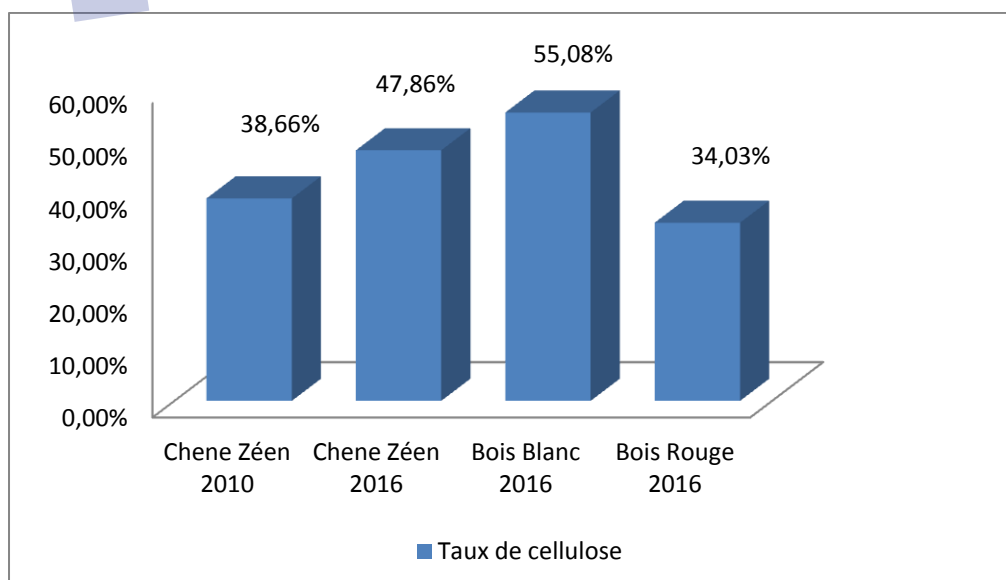


Figure 32 : Histogramme des taux de la cellulose.

Les résultats indiquent que les compositions cellulosiques obtenues dans ce travail sont en accord avec celle obtenue pour la plupart des espèces de feuillus et résineux.

D'après l'histogramme, nous avons remarqué un taux de cellulose élevé au niveau du bois blanc avec un pourcentage de 55.075%, suivi du bois de chêne zeen 2016 avec un taux de 47.86% ; en 3eme position, on a le chêne zeen 2010 avec 38.66% (feuillus) .Et en dernière Position, on a le bois rouge avec 34.03% (résineux).

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 [25].

4-2-4- Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR)

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

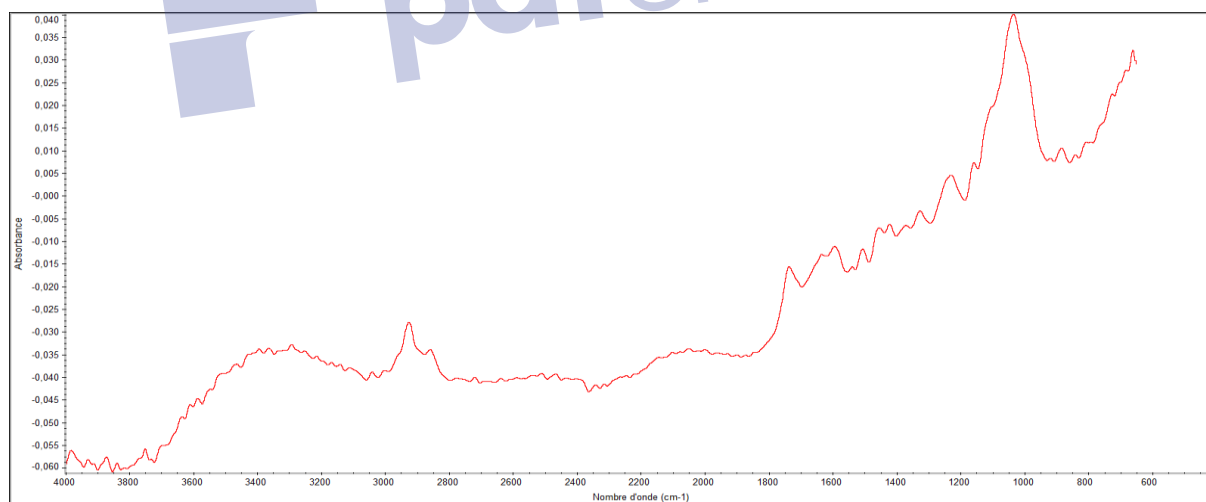


Figure 33 : Spectre IR de la fibre vierge de chêne zéen .

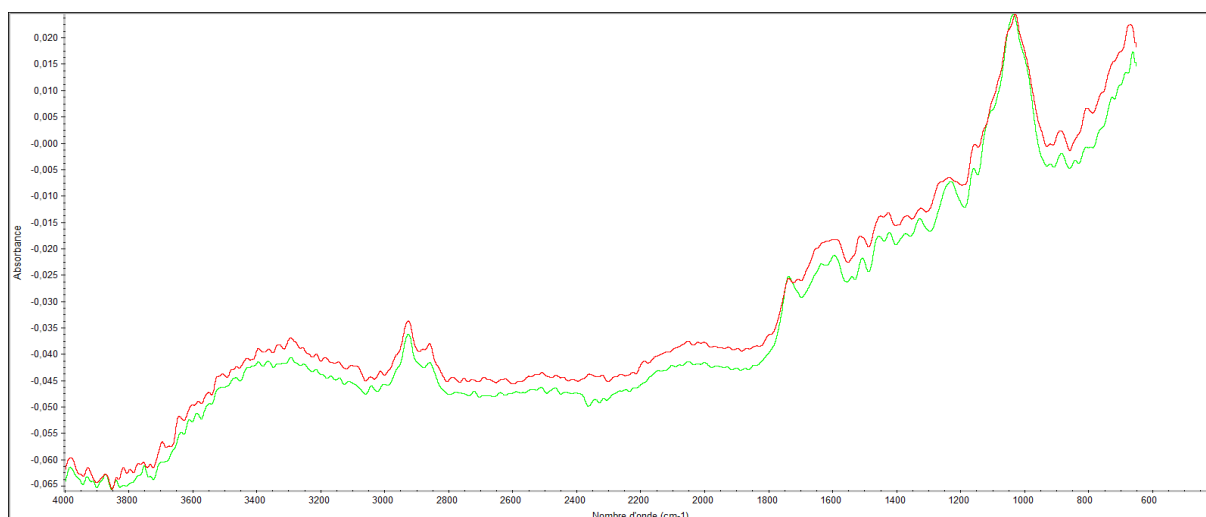


Figure 34 : Spectre IR de la fibre vierge de Bois Blanc



Figure 35 : Spectre IR de la fibre vierge de Bois Rouge

L'analyse par SPIR obtenue montre la présence de différentes bandes de vibration. Chaque bande d'absorption qui apparaît sur le spectre correspond à une fonction ou a un groupement chimique.

Les différentes bandes caractéristiques des constituants de nos charges sont résumés dans le tableau (VII).

Tableau VII : Les bandes d'absorption enregistrées pour les différentes fibres étudiées par SPIR.

Nombre d'onde cm^{-1}			Type de Vibrations cm^{-1f}
Chêne Zeen	Bois Blanc	Bois Rouge	
3422-3175	3450-3220	3556-3210	Vibration d'élongation des groupements hydroxyles O-H
2924	2950	2937	Vibration d'élongation symétrique des liaisons C-H du groupe CH_2
1700	1700	1600	Vibration des groupements carbonyles C=O
1383	1383	1383	Vibration de déformation symétrique des liaisons C-H
1053	1053	1057	Vibration de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose
700	700	700	Vibration de déformation des hydroxyles O-H des polysaccharides

Les bandes qui s'étendent aux alentours de $3422\text{--}3175\text{ cm}^{-1}$, $3450\text{--}3220\text{ cm}^{-1}$ et $3556\text{--}3210\text{ cm}^{-1}$ sont attribuées aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH) des celluloses et hémicelluloses. Les bandes d'intensité moyenne centrées vers 2924 cm^{-1} , 2950 cm^{-1} , et 2937 cm^{-1} traduisent les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe -CH_2 des segments de la cellulose et de la lignine [10,23].

Les spectres révèlent aussi des bandes d'absorption à 1700 cm^{-1} pour les fibres du bois chêne zeen et le bois blanc, et à 1600 cm^{-1} pour celui du bois rouge associées aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O présent dans les hémicelluloses et les lignines [23].

Les bandes d'absorption observées à 1383 cm^{-1} pour les trois sciures sont essentiellement dues aux vibrations de déformation des groupements ($\text{-CH}_2\text{-CH}_3$), contenus dans les structures de la lignine et l'hémicellulose [10,23].

Nous remarquons aussi une bande d'absorption à 900 cm^{-1} sur les trois spectres, cette dernière est caractéristique de la vibration de flexion de la liaison -CH aromatique (hors plan) [52]

Enfin, des pics d'absorption observés à 700 cm^{-1} pour les trois spectres sont liés à la déformation du groupement (-OH) [10].

Section 03 : caractérisation anatomique

4-3- Caractérisation anatomique

4-3-1 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 36) de sciure de bois chène zeen et les déchets de menuiserie (Bois Blanc et Bois Rouge). L'examen morphologique nous donne les différentes microphotographies MEB de l'échantillon de sciure de bois.

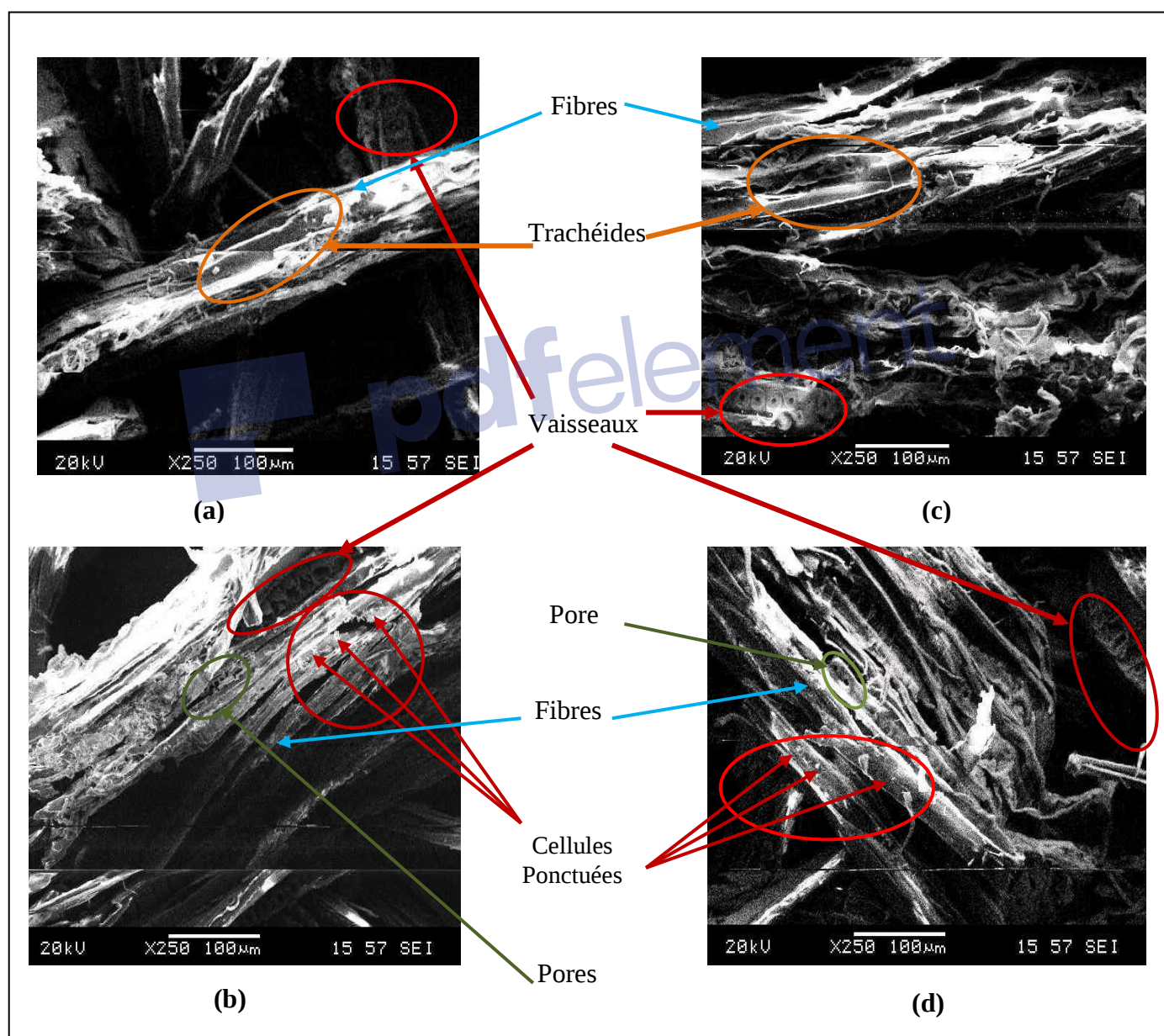


Figure 36 : Micrographies MEB : (a)-Chêne zeen 2016, (b)-Chêne zeen 2010, (c)- Bois Rouge 2016 et (d)- Bois Blanc 2016. Grossissement x 250 (Originale, 2018).

En vue macroscopique, le bois de chêne zeen présente de gros rayons ligneux multi séries 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 [27]

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 pour le bois de chêne zeen ainsi que pour le Bois Blanc.

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

Les figures 36 montrent que les cellules de duramen de nos quatre sciures de bois ont l'air compacté surtout au niveau des fibres, on ne distingue plus aucun lumen. Les vaisseaux semblent étirés dans le sens radial et possèdent une quantité de thylls qui semblent très ramifiés et désordonnés. Elles révèlent une surface extérieure plus ou moins irrégulière et de structure hétérogène.

Les pores de duramen sont plus petits, de taille variable, disposés en plages radiales et les rayons sont pluri et unisériés.

Les images (a) et (c) de la figure 35 montrent 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 générale

En Algérie peu de travaux récents ont abordé la qualification et la qualité des bois issue de la biomasse locale. Ainsi notre travail s'est penché sur les caractéristiques physiques, chimiques et anatomiques du bois de Chêne Zeen

L'objectif principal de notre travail est la caractérisation des fibres ligneuses du bois de Chêne Zeen et déchets de menuiserie (Bois Blanc et Bois Rouge), afin de mieux les introduire dans un nouveau matériau (composite). Au cours de ce projet de maîtrise, on a pu constater que les résultats de la caractérisation chimique concordent avec ceux de la bibliographie :

- Peu d'études ont été menées sur l'extraction de la cellulose contenue dans nos matériaux, cependant le taux de cellulose obtenue dans notre recherche et en accord avec la bibliographie. On a noté une forte teneur cellulosique chez le Bois Blanc de 55,08% et Chêne Zeen de 47,86% cela explique leur rigidité comparativement au Bois Rouge de 34,03% qui confirme que c'est un bois tendre.
- Le taux de cendre varie dans les quatre essences, on remarque un taux élevé dans le Bois Rouge contrairement aux autres. Elle peut être attribuée à plusieurs facteurs tels que la saison d'abattage, la nature du sol et la nature du bois (feuillus et résineux).
- La teneur de phénol totaux varie entre les feuillus [Chêne zeen (2010 -2016) 3,23% ; 3,62%) et Bois Blanc (2016) 3,44%] et résineux (Bois Rouge 2016 2,02%) , cette différence est due au patrimoine génétique. Cependant un taux de 6,50% est noté dans l'écorce du Chêne Zeen 2016
- L'analyse structurale par spectre proche infrarouge (SPIR) montre la même présence de différentes bandes de vibration dans les quatre fibres du bois.

La caractérisation physique révèle une légère différence du taux d'humidité :

- Premièrement dans les deux diamètres des sciures ($d=250\text{ }\mu\text{m}$ et $d=125\mu\text{m}$), on peut l'expliquer par la diffusion de l'eau dans les parois cellulaires de la fibre.
- Deuxièmement les fibres des deux essences ont un caractère hydrophile différent.

Pour ce qui est la caractérisation anatomique, elle nous illustre la présence des cellules ayant des ponctuations simples chez le Bois Blanc et Chêne Zeen et sont absentes dans le Bois Rouge. On observe les vaisseaux nettement plus petits et de taille variable et des fibres très nombreuses irrégulièrement réparties et à trajet rectiligne-oblique dans nos quatre sciures.

On peut donc conclure d'après cette étude comparative menée sur le bois de Chêne Zeen et déchets de menuiserie (Bois Blanc et Bois Rouge), que notre essence nationale est un bois dur et surtout de faible anisotropie, sa durabilité reste moyenne. Ses propriétés physico-chimiques et anatomiques sont proches des déchets de menuiserie (Bois Blanc et Bois Rouge) issus de bois d'œuvre.

Pour compléter cette étude une HPLC est indispensable pour identifier les composés phénoliques, extraction de lignine et hémicellulose.

Une RMN, DRX et ATG.



Références bibliographiques

- [1] **A. Le Duigou.** « Etude des mécanismes d'adhérence entre une fibre de lin et le PLLA- Influence d'un traitement faiblement impactant à l'eau ». Comptes Rendus des JNC 17 - Poitiers, 2011, 09 p
- [2] **A.K. Bledzki, J. Gassan,** "Composites reinforced with cellulose based fibres", Prog.Polym.Sci. 24 221–274, 1999
- [3] **Aldjia, B. Safia, N.** Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base dePVC et farine de bois de chêne zeen. Mémoire de magistère. Université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou. Tizi-Ouzou. 2015. p8-11-20-21-22.
- [4] **B.Montiès,** "Les polymères végétaux - Polymères pariétaux et alimentaires non azotés, Gauthier Villars (ed), Paris (1980).
- [5] **B.R. Sharma, Naresh L., N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant and U.C. Merchant** Lucid "Colloids Limited Jodhpur"-342005, Rajasthan, India,2006.
- [6] **BADEL E., 1999** .Determination of elastic and shrinkage proprieties of on annual ringoak in transverse plan : description of the morphologie, measurements of microscopic proprieties and homogenization calculations. Thèse de Doctorat. ENGREF. Pp.50-101.
- [7] **Bakour R., 2003.**Influence de l'espèce et de la provenance des deux principaux chênes Français (Quercus robur L. Quercus petraea Liebel) sur la structure anatomique et les propriétés physiques du bois de Merrain. Thèse de doctora. Ecole nationale du Génie rural, des Eaux et des Forêts, centre de Nancy, 150-156 P.
- [8] **Ben'mbarek T., 2011.** Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique „WPC“, Mém de thèse, Génie des procédés, Université de Pau et des Pays de l'Adour, 168p.
- [9] **Boureau E., 1957.** « Anatomie végétale », tome II. Presses universitaire de France. Paris, 752p.
- [10] **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.
- [11] **C. Baley, Y. Grohens et I. Pillin.** « Etat de l'art sur les matériaux composites biodégradables ». Revues des composites et des matériaux avancés, Vol.14, 2004, pp. 135- 166.
- [12] **Campredon J., 1969.** "Le bois", 4ème édition, N° 382, Ed. Presses universitaires de France.

- [13] **Cloutier A., 2005.** Anatomie et structure du bois. Notes de cours, chapitre 1. Département des sciences du bois et du foret, Université Laval
- [14] **D .T. Vi Vi.** « Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non». Thèse de doctorat, Université de Grenoble (en co-tutelle avec l'université de Hochiminh Ville, Vietnam), 2011, 189 p.
- [15] **D, Hatsch,** ''Interaction hôte/pathogène : étude du modèle *Cumulus lupulus* *Fusarium graminearum*. 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
- [16] **DEBIT Z.** Caractérisation chimique du bois de chêne zéen (*Quercus canariensis* Willd.) et du roseau commun (*Phragmites australis*) : Dosage des polyphénols. Mémoire de Fin d'étude en chimie. Université Mouloud Mammeri de Tizi ouzou, 2015.
- [17] **Dettienne P., 1988.** Cours illustré d'anatomie du bois. CTFT, Paris, 47p
- [18] **Doin G., 1964.** Anatomie des plantes vasculaire. Tome I et II, b /4210.
- [19] **Doty, R. L.,** Gustation. Wiley Interdisciplinary Reviews: Cognitive Science 2012, 3, 29-46
- [20] **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.
- [21] **F. Michaud,** ''Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage'' thèse Phd, univ Laval, 2006
- [22] **F.Laurans, A.Déjardin, J.Pilate,** ''Physiologie de la formation des parois de fibres de bois'', composites et matériaux avancés, Vol.16, pp.27-39, 2006.
- [23] **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.
- [24] **Ghazil S., 2010.** Etude de la migration du fluide dans le bois, thèse de docteur en science du bois et des fibres, faculté de la science, université de Nancy, 159p.
- [25] **Glories, Y.,** La couleur des vins rouges. II Mesure, origine, et interprétation. Connaissance de la vigne et du vin 1984, 18, 253-271.

- [26] **Govin, A.** Aspect physico-chimique de l'interaction bois-ciment, modification de l'hydrations du ciment par le bois. Thèse doctorat. Ecole nationale supérieure des Mines des Saint Etienne : Génie des procédés. 2004. p202
- [27] **HADDAD A., 1990** – contribution à l'étude botanique et anatomique de quelques espèces de feuillus autochtones : *Populus tremula*.L, *Fraxinus oxyphyla*. Bieb, *Quercus miberckii*.Dur.Thèse .ing.INA.
- [28] **Harrington J.J.**, MicroFibril Angle in Wood. Ed B.G Butterfield, IAWA/IUFRO, New Zealand, 1998.
- [29] **HARRIS R., KARMAS E.** Nutritional evaluation of food processing.3rdEd the avi publishing Inc.New York, 1977. 612p
- [30] **Hernandez, B., F. Cotton et M. Campillo. 1999.** Contribution de l'interférométrie radar à une inversion en deux étapes du processus cinématique du séisme de Landers en 1992. J. Geophys. Res., 104 (B6): 13083-13099.
- [31] **Jacamon M., 1987.** Guide dendrologique Arbres, Arbustes, Arbrisseaux des forêts françaises Ed. GREF. Paris, 252p
- [32] **JACQUIOT C., 1983** .écologie appliquée à la sylviculture. Ed. BORDAS, paris. 175p.
- [33] **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.
- [34] **JEBRANE, M.** Fonctionnalisation Chimique Du Bois Par Transesterification Des Esters D'enol. Thèse de doctorat. Bordeaux 1 : Ecole Doctorale Des Sciences Chimiques, 2009.
- [35] **Keller R., 1994.** La constitution du bois. Chapitre 1 de l'ouvrage «Le bois matériau d'ingénierie». ARBOLOR. Nancy, 433p.
- [36] **L. Yahiaoui.** « Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss) ». Mémoire de Magister, Institut d'Optique et de Mécanique de Précision, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2011, 96 p.
- [37] **MACHEIX J., FLEURIET A., JAY ALLEMAND C** .les composes phénoliques des végétaux, presses polytechniques et universitaires romandes, lausanne, 2005.
- [38] **Manorbois.** Bois Rouges.[02/07/2017].
www.manorbois.com/gammeproduits/bois/bois-rouges.

- [39] **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.
- [40] **MESSAOUDÈNE M., TESSIER L., 1991.** Croissance radiale de *Quercus canariensis* Willd. et *Quercus afares* Pomel en Kabylie (Algérie). *Ecologia Mediterranea*, 17 : 119-133
- [41] **Messaoudene, M.** Etude dendrologique et productivité de *Q.canariensis* willd et de *Q.afaress* pomel dans les massifs de l'Akfadou et de Beni Ghobri en Algérie. Thèse Doctorat. Université Aix Marseille III. 1989. p124.
- [42] **MICHEL T.2011** : Nouvelles méthodologies d'extraction, de fractionnement et identification. Thèse de doctorat, université d'ORLEANS.40-48P.
- [43] **N.Joly**, ''synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenues par acylation et réticulation de la cellulose'', thèse doctorat de l'université de Limoges, chimie des substances Naturelles, 2003
- [44] **Overend R. P., Milne T. A., Mudge L. K. (eds.). (1985).** Fundamentals of Thermochemical Biomass conversion. Elsevier Applied Science Publishers, London.
- [45] **P. Boustingorry**, "Élaboration d'un matériau composite à matrice gypse renforcé par bois fragmenté -amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse," thèse de doctorat de l'école Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, Génie des procédés, 2002
- [46] **P. A. Faugeras.** « Valorisation des fibres lignocellulosiques de la pâte à papier ». Thèse de Doctorat, Université de Limoges (en co-tutelle avec l'université de Québec), France ,2012 ,144 p.
- [47] **P. Etienne Bourbon, L. Carlsson et J. Anders.** « Matériaux composites à matrice organique », Edition M²onson Lausanne, 2004, 154 p.
- [48] **Quezel P. et Bonin G., 1980** – les forêts feuillues du pourtour méditerranéen : constitution, écologie, situation actuelle et perspective. *Revue forestière française*, tome 3, pp. 253-268.
- [49] **RONDEUX J., 1993** – la mesure des arbres et des peuplements forestiers. Ed. Presses Agronomiques de Gembloux, Belgique, 521p.

- [50] **S, Thiebaud**, ‘‘Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux’’, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, Sciences des Agroressources, 1995
- [51] **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.
- [52] **SAAD H.** développement de bois-composites à base de fibre végétales et de colles écologique, université de peu et payes de l’Adour, 2013
- [53] **TINGAUT, PH.** Modification de la structure chimique du bois par des Alcoxysilanes diversement substitués. Thèse Doctorat. Université Bordeaux. 2006. 17-27p.
- [54] **Venet J., 1986.** Identification et classement des bois Français. Engef, Nancy, 308 p.

1. <http://fr.oshims.com/herb-directory/p/peuplier-blanc>
2. <http://theses.ulaval.ca/archimede/fichiers/23430/ch02.html>
3. <http://www.vivaiguagno.com/en/trees-grow-plants/populus-alba-nivea/>



Remerciements

Dédicaces

Liste des abréviations

Liste des figures et tableaux

INTRODUCTION GENERALE1

Chapitre 1 : Généralités sur le bois.....4

Section 01 : présentation des multiples bois5

1-1- Définition du bois.....5

1-2- Définition des bois étudiés6

1-2-1-Chêne zeen.....6

1-2-2-Bois Blanc.....7

1-2-3- Bois Rouge.....8

Section 02 : teneur et structure du bois.....9

1-3- Variation de l'aspect et de la structure du bois.....9

1-3-1-Variation de l'aspect.....9

1-3-2-Variation de la structure9

1-4- Structure anatomique du bois.....9

1-4-1- Structure macroscopique du bois.....9

1-4-2- Structure microstructure du bois.....11

1-4-2-1- Vaisseaux.....11

1-4-2-2- Les thylls.....11

1-4-2-3- Fibres.....11

1-4-2-4- Parenchyme.....12

1-4-2-5- Les rayons ligneux.....12

Chapitre2 :Fibres végétales du bois13

Section 01 : description des fibres végétales.....14

2-1- Fibres végétales du bois14

2-1-1- Définition de la fibre végétale.....14

2-1-2 - Structure et morphologie des fibres végétales.....14

2-1-2-1-Morphologie.....14

2-1-2-2- Structure.....	15
2-1-3- Composition chimique des fibres végétales.....	16
2-1-3-1- Cellulose.....	17
2-1-3-2-Hémicelluloses.....	19
2-1-3-3- Lignine.....	20
2-1-3-4- Pectines.....	21
2-1-4- Extractibles.....	22
Section 02 : mise en pratique de la fibre végétale.....	23
2-1-5- Application des fibres végétales	23
2-1-6- Avantages et inconvénients des fibres végétales	24
Chapitre 3 :Méthodes et matériels.....	25
Section 01 : choix et spécificités du périmètre de l'étude	26
3-1- Présentation de la zone d'étude (forêt d'AKFADOU)	26
3-2- Choix des stations, échantillonnage et acquisition de données.....	27
Section 02 : caractérisation physique et chimique du bois.....	28
3-3- Caractérisation physico-chimique des fibres de bois	28
Matériel végétale	28
3-3-1- Caractérisation physique des fibres du bois	28
3-3-1-1- Granulométrie de la fibre du bois de chêne zeen et déchets de menuiserie.....	28
3-3-1-2- Mesure de taux d'humidité	29
3-3-2- Caractérisation chimique des fibres du bois	30
3-3-2-1- Mesure du taux de Cendre	30
3-3-2-1-1- Expression des résultats.....	31
3-3-2-2- Extraction des composés phénoliques.....	32
3-3-2-3- Dosage des polyphénols totaux	33
3-3-2-3-1- Principe.....	33
3-3-2-3-2- Courbe d'étalonnage.....	35
3-3-2-4- Dosage de la cellulose.....	35
3-3-2-5- Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR).....	36
Section 03 : caractérisation anatomique	38
3-3-3- Microscopie électronique à balayage (M.E.B.).....	38
3-3-3-1-Principe	38
3-3-3-2- Equipement.....	38
3-3-3-3- Préparation des échantillons et appareillage.....	38

Chapitre 4 :Interprétation des résultats.....	40
Section 01 : caractérisation physique.....	41
4-1- caractérisation physique	41
4-1-1- Granulométrie de la farine de bois.....	41
4-1-2- Détermination du taux d'humidité	41
Section 02 : caractérisation Chimique	43
4-2- caractérisation chimique	43
4-2-1- Détermination du taux de Cendre.....	43
4-2-2- Détermination des taux de phénols totaux dans le bois de chêne zeen et les déchets de menuiserie	44
4-2-3- Détermination du taux de cellulose	46
4-2-4- Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR)	47
Section 03 : caractérisation anatomique.....	51
4-3- Caractérisation anatomique.....	51
4-3-1 Microscopie électronique à balayage (M.E.B.).....	51
Conclusion générale	53
Références bibliographique.....	56
Annexes	
Résumé	



Annexes

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

Tableau VII : Matériels et les réactifs utilisés au laboratoire

Matériels	Réactifs
▪ Fiole jaugée de 250ml ; ▪ Tube à essai ; ▪ Spectrophotomètre (Thermo Scientific™ 335423-000) ▪ Cuve en plastique ; ▪ Bain-marie (Mettler W270) ▪ Agitateurs magnétique avec chauffage (Heidolph MR1) ▪ Cristalliseur ; ▪ Etuve (INB400 Mettler®) ▪ Four à moufle (Linn High Therm LM-412) ▪ Tamis (RETSCH AS 200 basic)	▪ Réactif de Folin Ciocalteu dilué 10 fois ; ▪ Méthanol à 80% dilué (80% de méthanol+20% d'eau distillée) ; ▪ Solution de sodium NaCO_3 (carbonate de sodium) à concentration 74g/L

Annexe 2: le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de granulométrie

Tableau VIII : les Refus des échantillons à différentes Mailles.

Maille	Refus(g)			
	Chêne Zéen 2010	Chêne Zéen 2016	Bois Rouge 2016	Bois Blanc 2016
4	0	13,72	0	0
2	0,31	2,03	0	0
1	1,56	28,65	0	0,01
500	12,78	52,42	0	0,18
250	47,26	37,83	61,1	73,86
125	73,42	36,53	129,48	76,85
63	42,4	19,73	8,67	3,31
45	11,04	6,76	0,63	0,09
Fond plein	11,23	2,33	0,12	0,7
Masse total	188,77	197,67	199,88	154,3
Masse Initial	200	200	200	155

Annexe 3: le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test du taux d'humidité.

Tableau IX : Résultats des pesées des échantillons après le test du taux d'humidité (%)

Fibre du bois	Taux d'humidité (%) à 125 µm	Taux d'humidité (%) à 250µm
Chêne Zéen 2010	4,31%	4,55%
Chêne Zéen 2016	7,77%	7,98%
Bois Blanc 2016	5,95%	6,63%
Bois Rouge 2016	5 ,58%	6,00%

Annexe 4 : le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de taux cendre.

Tableau X : Résultats des pesées des échantillons avant et après le test de taux cendre.

Echantillon	Chene Zeen 2010		Chene Zeen 2016		Bois Blanc 2016		Bois Rouge 2016	
Maille	250µm	125µm	250µm	125µm	250µm	125µm	250µm	125µm
Creuset vide (g)	17,193	18,885	17,313	17,745	19,118	19,132	17,523	13,144
Creuset +m ₀ (g)	19,193	20,885	19,313	19,745	21,118	21,132	19,523	15,144
Creuset +reste du bois	17,197	18,892	17,323	17,755	19,126	19,145	17,537	13,159

Annexe 5 : Le tableau suivant donne les résultats des absorbances des solutions filles d'acide gallique.

Tableau XI : Résultats des absorbances des solutions filles de l'acide gallique.

C (g/L)	0,06	0,12	0,20	0,28
Absorbance	0,001	0,003	0,006	0,009

Sur la figure 29, nous avons porté les résultats liés à l'étalonnage par l'acide gallique

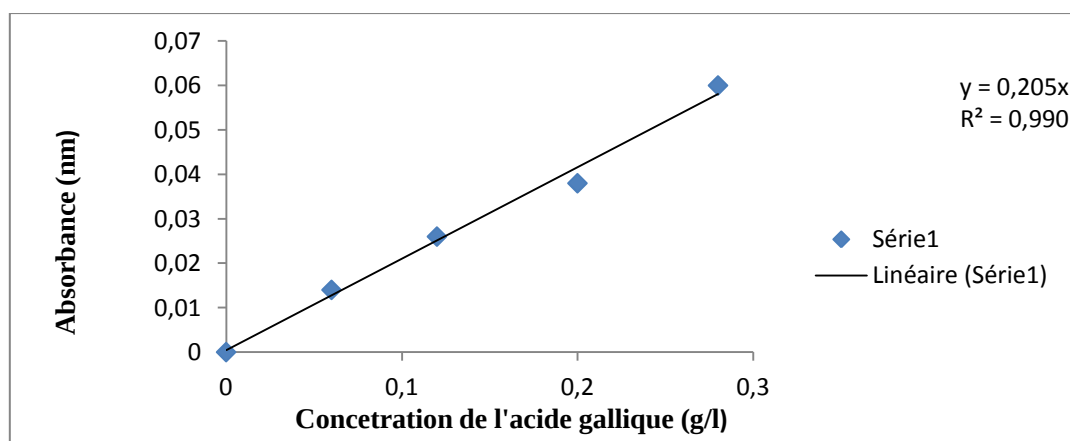


Figure 29 : Courbe étalon avec l'acide gallique à 0,5g/L

D'après la figure nous avons obtenu l'équation suivante :

$$Y=0,205 \times$$

$$R^2 = 0,990$$

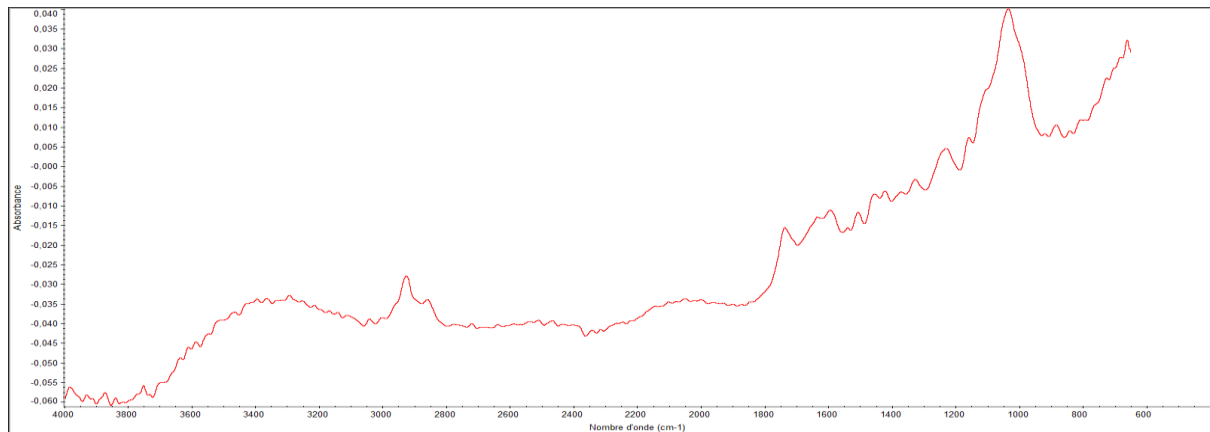
Annexe 6 : Le tableau suivant donne les résultats des absorbances des échantillons de polyphénol.

Tableau XII : résultats des absorbances des échantillons de polyphénol

Echantillons	N° tubes	Absorbance à 760 nm	Moyenne
Chene Zeen 2010	1	0,7761	0,66125
	2	0,6969	
	3	0,4751	
	4	0,6969	
Bois Blanc 2016	1	0,7427	0,7059
	2	0,884	
	3	0,798	
	4	0,3989	
Chene Zeen 2016	1	0,63	0,74115
	2	0,7761	
	3	0,7509	
	4	0,8076	
Bois Rouge 2016	1	0,2446	0,4132
	2	0,873	
	3	0,3611	
	4	0,1741	
Ecorce	1	1,805	1,33225
	2	0,836	
	3	0,904	
	4	1,784	

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

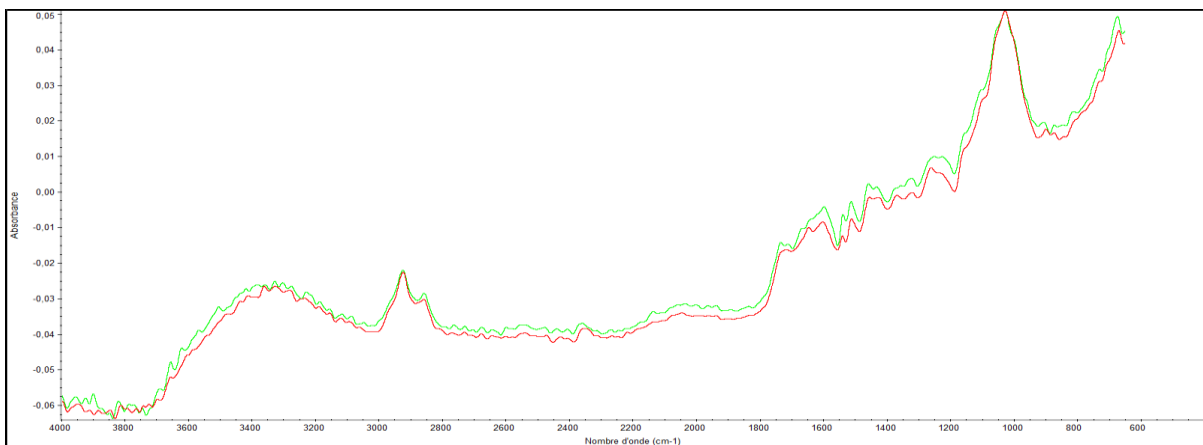
Le spectre IR de la fibre vierge de chêne zéen



Le spectre IR de la fibre vierge du Bois Blanc



Le spectre IR de la fibre vierge du Bois Rouge



Résumé :

L'objectif de notre travail consiste à la caractérisation physico-chimique des fibres ligneuse du bois de chêne zeen (2010 et 2016) et les déchets de menuiserie (bois blanc et rouge), selon deux diamètres bien définis ($d=250\mu\text{m}$ et $d=125\mu\text{m}$). Afin de déterminer la durabilité des essences, divers méthodes ont été effectuées à savoir : taux de celluloses, taux d'humidité et le taux de cendre des sciures. Le taux des composés phénoliques a été réalisé par spectroscopie à UV-Visible. Une caractérisation structurale par spectroscopie proche infrarouge (SPIR) et anatomique des fibres par MEB ont été aussi réalisé. Les résultats ont montré que notre essence nationale est un bois dur et surtout de faible anisotropie, sa durabilité reste moyenne. Ses propriétés physico chimiques et anatomiques sont proches des déchets de menuiserie (Bois Blanc et Bois Rouge) issus de bois d'œuvre.

Mots clés : Caractérisation physico-chimique, fibres ligneuse, chêne zeen, déchets de menuiserie, celluloses, MEB.

Abstract:

The objective of our work is the physicochemical characterization of the wood fibers of zeen oak (2010 and 2016) and carpentry waste (white and red wood), using two diameters ($d=250\mu\text{m}$ and $d=125\mu\text{m}$). In order to determine the durability of the species, various methods were carried out: cellulose rate, moisture content and the ash content of sawdust. The level of the phenolic compounds was tested using UV-Visible spectroscopy. Structural characterization through near-infrared spectroscopy (NIRS) and anatomical fiber analysis by SEM were also performed. The results showed that our national essence is a hard wood which consists low anisotropy, its durability remains average. The physicochemical and anatomical properties are close to carpentry waste (white and red wood) derived from softwood.

Keywords: Physico-chemical characterization, wood fiber, zeen oak, carpentry waste, celluloses, SEM.