

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

UNIVERSITE DE MOULOU D MAMMERI



Faculté des Sciences

Département de Chimie

Domaine : science de la matière

Filière : chimie

Mémoire de master

Spécialité : chimie de l'environnement

Thème

Valorisation des déchets de menuiserie (bois rouge, bois blanc et bois hêtre) et déchets de vannerie (osier de Jijel et osier d'Espagne)

Présenté par : AZZOUZ Selma

KHIMOUD Samia

Soutenu publiquement, le 28 / 12 / 2020,

Devant le Jury composé de :

Mr KADOUCHE Slimane

MCA

Président

UMMTO

Mr RAHMOUNE Med Ameziane

MCB

Examineur

UMMTO

M^{eme} LOUNI Dalila

MAA

Promotrice

UMMTO

REMECEMENTS

En premier lieu, nous remercions Dieu tout puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience afin de mener ce modeste travail à terme.

Nous remercions chaleureusement madame Dalila LOUNI, notre promotrice, pour son disponibilité, son aide précieux, son soutien tout au long de ce travail et ces conseils qui nous ont été très utile.

Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils vont porter à notre travail en acceptant de l'examiner et de l'enrichir par leurs propositions et suggestions.

Un grand merci à l'ensemble du personnel du laboratoire de chimie de Tamda, faculté des sciences biologiques et science agronomiques de l'UMMTO.

Merci à tous ceux qui de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

À mes très chers parents «Belkacem »et « Nora » qui ont consacré
leur vie pour bâtir la mienne...

Jamais je ne trouverai les mots pour rendre justice aux sacrifices et
aux efforts qu'ils ont consentis à mon éducation et à mes études...

À mes chères sœurs : Souad et Ikram

À mon cher frère : Anas

À mon cher binôme : Samia

À mes chères copines : Tina, Dyhia, Nouara, Souhila et Sonia

À la mémoire de mes grands-parents qui auraient tant aimé me voir
réussir

À tous ceux qui ont cru en moi et m'ont soutenu jusqu'au bout...

Je dédie ce modeste travail.

Selma

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A Ma chère mère « Messaouda » pour son amour, ses encouragements
et ses sacrifices

A mon cher père « Saïd » pour son soutien, son affection et la
confiance qu'il m'a accordé

A mes chères sœurs : Fazia et Nadia

A mon cher frère : Lyes

A mon cher binôme : Selma et sa famille

A toutes mes amies

A tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de
mon travail

Samia

A graphic of a wooden signpost. It consists of a vertical wooden post on the left side. A horizontal wooden arrow points to the right from the top of the post. At the bottom of the post, there are several thin, curved lines representing grass or reeds.

Table de matières

Liste des figures

Figure I-1 : Vue macroscopique d'une tige d'arbre ¹	4
Figure I-2 : les trois directions principales du bois [12]	5
Figure I-3 : Les éléments du plan ligneux d'un résineux ³	5
Figure I-4 : plan ligneux du bois d'un feuillus [10]	6
Figure I-5 : représentation schématiques des parois cellulaire [8].....	7
Figure I-6 : Représentation schématique de la composition chimique simplifiée du bois [7].....	8
Figure I-7 : motifs de la chaîne cellulosique [9]	9
Figure I-8 : Représentation des liaisons hydrogènes entre les molécules de cellulose [5]	9
Figure I-9 : Structure amorphe et cristalline de la cellulose [8].....	10
Figure I-10 : Les principaux monosaccharides composant les hémicellulose [8].....	11
Figure I-11 : principaux monomères de la lignine (formules chimiques) [8]	12
Figure I-12 : Structure chimique de l'isoprène [11].....	13
Figure I-13 : Composés phénoliques simples isolés du bois feuillus et de résineux. [8].....	14
Figure II-1 : Arbre du bois rouge.....	15
Figure II-2 : Arbre du bois blanc (Peuplier blanc)	16
Figure II-3 : Arbre du bois hêtre	16
Figure II-4 : L'osier ⁹	17
Figure II-5 : Echantillons à analyser	18
Figure II-6 : Tamiseuse de marque RETSCH	18
Figure II-7 : les étapes du taux de l'humidité.....	19
Figure II-8 : Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier(IRTF).....	20
Figure II-9 : Echantillons du bois après la calcination.....	22
Figure II-10 : Les étapes de préparation des filtrats	23
Figure II-11 : Les étapes du dosage des polyphénols.....	24
Figure II-12 : les solutions filles en acide gallique	25
Figure II-13 : Technique du dosage de la cellulose	27
Figure II-14 : Les différentes étapes d'extraction de la lignine (Originale, 2019).....	28

Figure III-1 : Histogramme du taux d'humidité.....	30
Figure III-2 : Histogramme du taux De cendres.....	31
Figure III-3 : Histogramme du taux de polyphénols	32
Figure III-4 : Histogramme du taux de cellulose	33
Figure III-5 : Histogramme du taux de lignine	34
Figure III-6 : Spectre IR des trois fibres de bois	35
Figure III-7 : Spectre IR des deux fibres d'osier.....	35
Figure III-8 : Microstructure MEB	38

Liste des tableaux

Tableau I : les extractibles aliphatiques [13]	13
Tableau II : Les bandes d'absorption enregistrées pour les différentes fibres étudiées par IRTF	36

Liste des abréviations

BB : bois blanc

BR : bois rouge

BH: bois hêtre

OE : osier d'Espagne

OJ : Osier de Jijel

DP : degré de polymérisation

min : minute

T : température

Na₂CO₃: Carbonate de sodium

H₂SO₄: acide sulfurique

NaOH: Hydroxyde de sodium.

FC : Folin-Ciocalteu

g/L : gramme par litre

µm : micromètre

nm : nanomètre

mL : millilitres

cm⁻¹ : centimètre moins un

g : gramme

°C : Degré Celsius

m : masse

L : direction axial

T : direction tangentiel

R : direction radial

P : le poids

H : taux d'humidité

TC : taux de cendres

∅ : Taux de cellulose

ADL : Acide Détergent Lignine.

λ : longueur d'onde

UV : Ultra Violet

IRTF : La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

MEB : Microscope électronique à balayage

Remerciement

Dédicaces

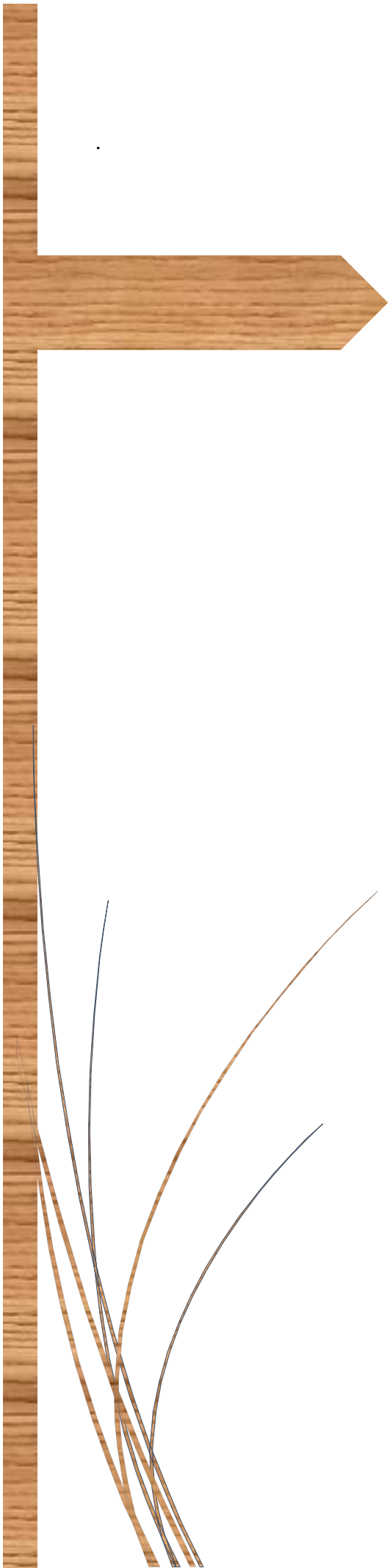
Liste des figures et tableaux

Liste des abréviations

Sommaire

Introduction	1
Chapitre I : étude bibliographiques	3
I. Structure du bois.....	3
I.1 Structure macroscopique du bois	3
I.2 La microstructure du bois	4
I.3 Ultrastructure du bois	6
II. Composition chimiques.....	8
II.1. La cellulose	8
II.2. Les hémicellulose	10
II.3. Les lignines	11
II.4. Les extractibles.....	12
II.5. Les cendres	14
Chapitre II : matériels et méthodes	15
I. Matériel végétal	15
I.1 Bois rouge	15
I.2 Bois blanc	15
I.3 Bois hêtre	16
I.4 Osier.....	17
II. Préparation des échantillons	18
III. Les caractéristiques physiques.....	18
III.1 Détermination du taux d'humidité	18
III.2 Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) 20	
IV. Les caractéristiques chimiques	21
IV.1 Détermination du taux de cendres.....	21
IV.2 Détermination du taux de polyphénols	22
IV.3. Dosage de cellulose.....	26
IV.4 Extraction de la lignine avec un détergent acide (ADL selon Van Soest	27
V. Caractérisation anatomique	28
V.1. Analyse de morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) ...	28
Chapitre III : résultats des discussions	30
I. Détermination du taux d'humidité	30
II. Détermination du taux de cendres	31
III. Détermination du taux de polyphénols.....	32

IV. Détermination du taux de cellulose	32
V. Détermination du taux de lignine	33
VI. Analyse des échantillons par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....	34
VII. Analyse de morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	37
Conclusion	40
Références bibliographiques	41
Annexes	
Résumé	



Introduction générale

L'agriculture est le moteur des économies de la plupart des pays en développement et dans les pays industrialisés, la croissance de l'agriculture ayant des effets deux à quatre fois plus efficaces sur l'augmentation du revenu des populations les plus démunies. Selon une étude publiée en 2016, 65% des travailleurs adultes pauvres dépendent de l'agriculture pour vivre¹.

Près de 40% des sols agricoles du monde sont sérieusement dégradés. D'autre part, les impacts sociaux et économiques causés par la dégradation continue des sols arables sont bien plus importants dans les pays en voie de développement que dans les pays industrialisés.[1]

La dégradation du sol, incluant l'érosion et la perte de nutriments, est en train de détruire, à long terme, la capacité d'un grand nombre de systèmes agricoles. L'une des pratiques les plus courantes est l'application des fertilisants chimiques en vue de maintenir la productivité des systèmes agricoles, tels l'azote, le phosphore et le potassium. Peu de travaux portent sur « l'extraction des nutriments » par les récoltes et trop sur lessivage des nutriments, contaminant ainsi que les eaux de surface et la nappe phréatique.[1]

En introduisant des engrais azotés, la production agricole la production s'est trouvée augmenter, mais en laissant souvent un sol dégradé et infertile.

Afin de remédier à ce problème épineux, de nouveaux fertilisants biologiques sont actuellement introduits dans les sols cultivables, comme les déchets de menuiserie (bois rouge, bois blanc et bois hêtre) et l'osier provenant des saules, pour enfin retrouver un sol fertile et une production agricole biologique.

L'objectif général de notre travail est de valoriser les déchets menuiserie (bois rouge, bois blanc et le bois hêtre) et les saules osiers (osier Espagne et l'osier de Jijel) comme des fertilisants organiques, une caractérisation physico-chimique des fibres a été effectuée par la détermination de taux de cellulose et du taux de lignine ainsi que le taux des composés phénoliques à l'aide de la méthode de la spectroscopie à UV. Enfin une caractérisation structurale par spectroscopie proche infrarouge (IRTF) et anatomique des fibres par MEB.

Pour mener cette étude, le travail est organisé en trois parties :

Le premier chapitre consiste à une étude bibliographique du bois et sa structure anatomique, suivie de ses compositions physico chimiques.

Dans le second chapitre ; comprend les matériaux utilisés ainsi que les techniques.

Le troisième chapitre sera consacré à la discussion des résultats obtenus.

Introduction générale

Notre travail se termine avec une conclusion ; est la synthèse des principaux résultats obtenus dans le cadre de cette étude.

A wooden signpost graphic consisting of a vertical post and a horizontal arrow pointing to the right. The wood has a natural grain texture. At the bottom of the post, there are several thin, curved lines representing grass or reeds.

CHAPITRE I

Etude bibliographique

Le bois est un matériau naturel d'origine végétale. Il est considéré comme l'une des ressources les plus importantes de la nature, connu comme une matière organique hygroscopique, poreuse, capable de se former et utiliser par l'homme au fil des siècles. Le bois assure, chez la plante, le rôle de conduction de la sève brute des racines jusqu'aux feuilles et le rôle de soutien mécanique de l'arbre ou de l'arbuste. Il sert aussi parfois de tissu de réserve.

I. Structure du bois

I.1. Structure macroscopique du bois :

I.1.1. Le cambium, le liber et l'aubier

Le cambium ou assise génératrice est la partie qui relie le bois à l'écorce. Cette zone est invisible à l'œil nu et elle est constituée de cellules méristèmes secondaires (cellules mères) qui, par division cellulaire, permet la croissance de l'arbre en épaisseur en produisant l'aubier vers l'intérieur et le liber ou écorce interne vers l'extérieur.

L'écorce est divisée en deux parties : l'écorce interne et l'écorce externe.

- L'écorce interne, appelée également liber, ou phloème secondaire est formée de tubes criblés à travers lesquels circule la sève élaborée des feuilles vers les cellules du cambium.
- L'écorce externe est la partie qui protège le tronc de l'arbre, les branches et les racines des attaques physiques et biologiques extérieures tels que les intempéries, le froid ou la chaleur, les attaques d'insectes, etc. Son aspect, sa structure et ses propriétés sont utilisés pour différencier et identifier les essences d'arbre entre elles mais l'écorce externe a essentiellement pour rôle le transport des substances nutritives. Elle est constituée du phéllogène ou assise méristémique qui produit :
 - Le phelloderme vers l'intérieur : constitué de cellules parenchymes ;
 - Le suber ou liège vers l'extérieur : constitué de cellules qui sécrètent la subérine dans les parois cellulaires. La production de cette cire imperméable conduit à la mort des cellules et les cavités cellulaires se retrouvent remplies de composés résinières, de tannins ou d'autres composés qui permettent de protéger l'arbre contre les parasites.[2]

L'aubier est constitué de cellules plus ou moins vivantes en voie de duraminisation (10 à 40% de cellules vivantes en pourcentage volumique). Les cellules vivantes jouent un rôle

d'emmagasinement des substances nutritives et restent vivantes pendant plusieurs années, tandis que les cellules qui assurent le soutien et permettent la conduction de la sève brute contenant les nutriments des racines vers les feuilles meurent entre 15 et 20 jours après leur formation[2]

1.1.2. Duramen

Le duramen ou bois de cœur est le squelette de l'arbre et assure la fonction de maintien mécanique de la structure de l'arbre. C'est un bois composé de cellules mortes et qui est fortement lignifié ce qui le rend très résistant. [2]

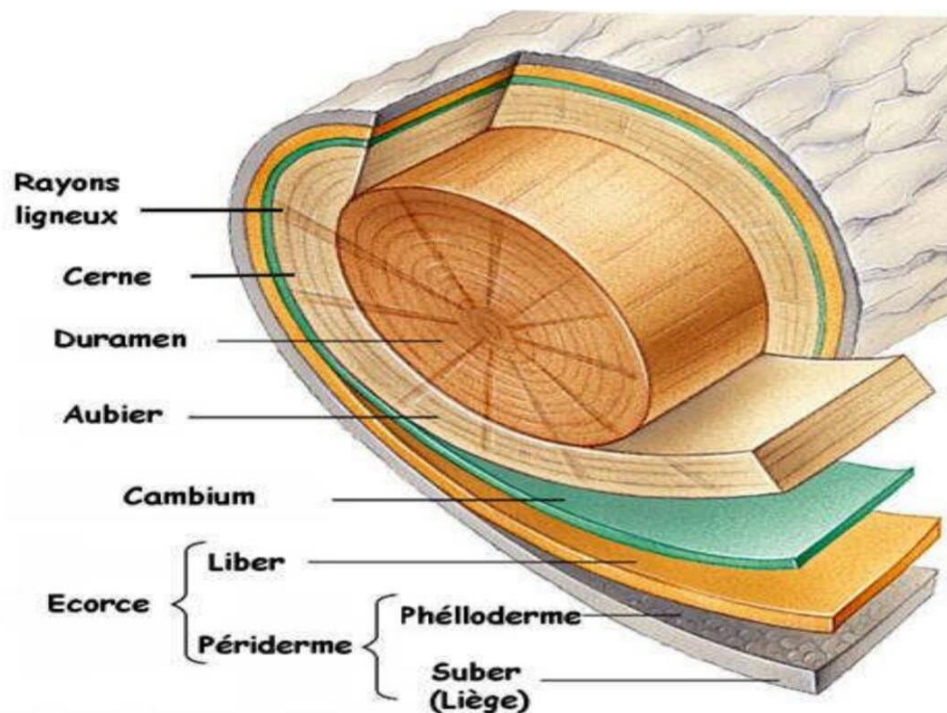


Figure I-1 : Vue macroscopique d'une tige d'arbre²

I.2. La microstructure du bois :

I.2.1. Les plans de référence du bois :

L'étude de l'anatomie du bois se réalise à partir de trois plans de coupes (**Figure I-2**)

- ✓ **Transversal** : perpendiculaire à l'axe de la tige ;
- ✓ **Radial** : plan passant par la moelle ;
- ✓ **Tangentiel** : plan excentré et parallèle à l'axe de la tige.[3]

Les repères dans l'espace dans les directions axiale (L), radiale (R) et tangentielle (T) sont importants pour l'étude du bois, selon la direction étudiée. [3]

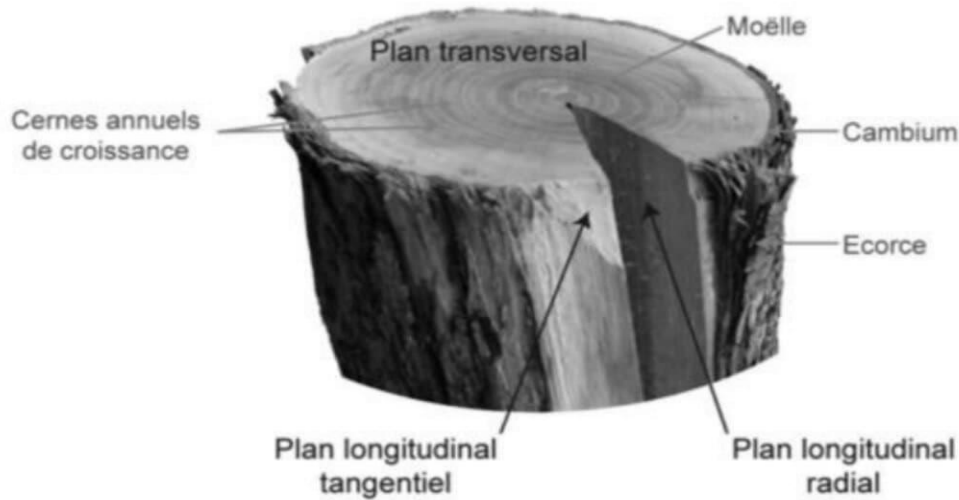


Figure I-2 : les trois directions principales du bois[12]

I.2.2. Le bois des feuillus et résineux :

Les essences de bois sont généralement classées en deux grands groupes : les gymnospermes (résineux ou conifères) et les angiospermes (feuillus).

L'étude microscopique est assez simple, les mêmes cellules, ou trachéides, assurent à la fois les fonctions de transport de la sève et de soutien de l'arbre. Les trachéides longitudinales constituent environ 90% du volume du bois des résineux. Elles ont des ponctuations pour permettre le passage des liquides.[3]

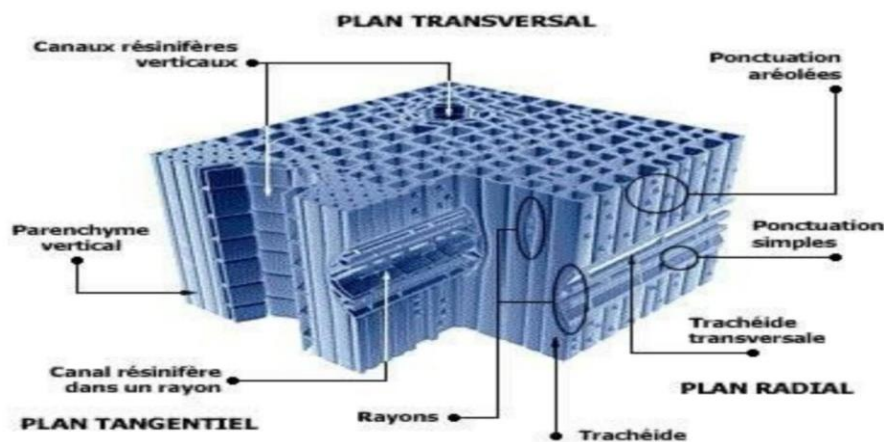


Figure I-3 : Les éléments du plan ligneux d'un résineux³

Le bois des feuillus est plus évolué et il présente dans sa structure une diversité plus grande que celle du bois des résineux. Par exemple, chez les résineux, les trachéides longitudinales jouent les deux rôles de soutien et de conduction alors que chez les feuillus, les trachéides n'assurent que la fonction de conduction, le soutien étant assuré par un autre types de cellules qui s'appellent les fibres. [3]

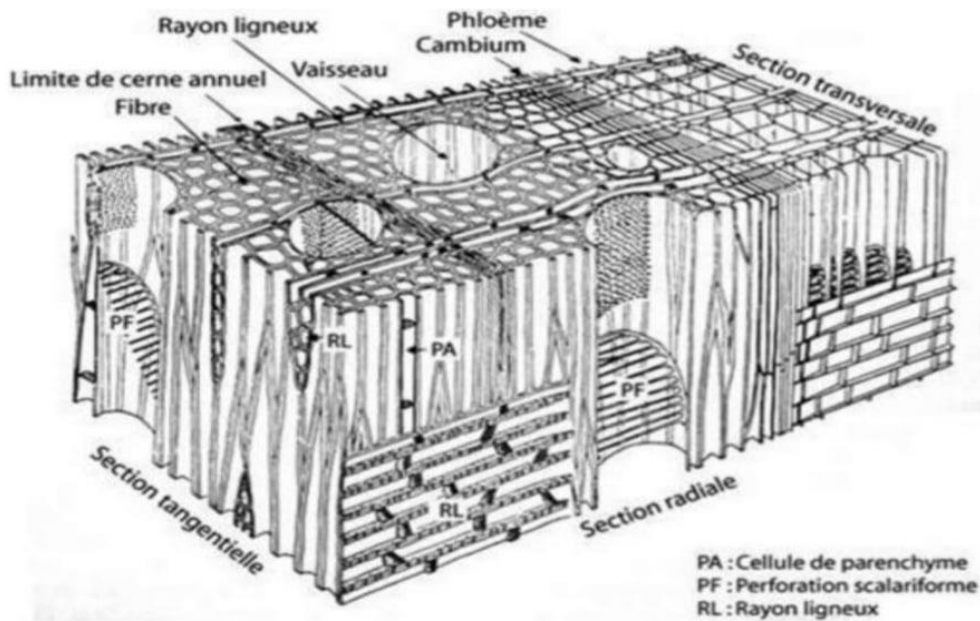
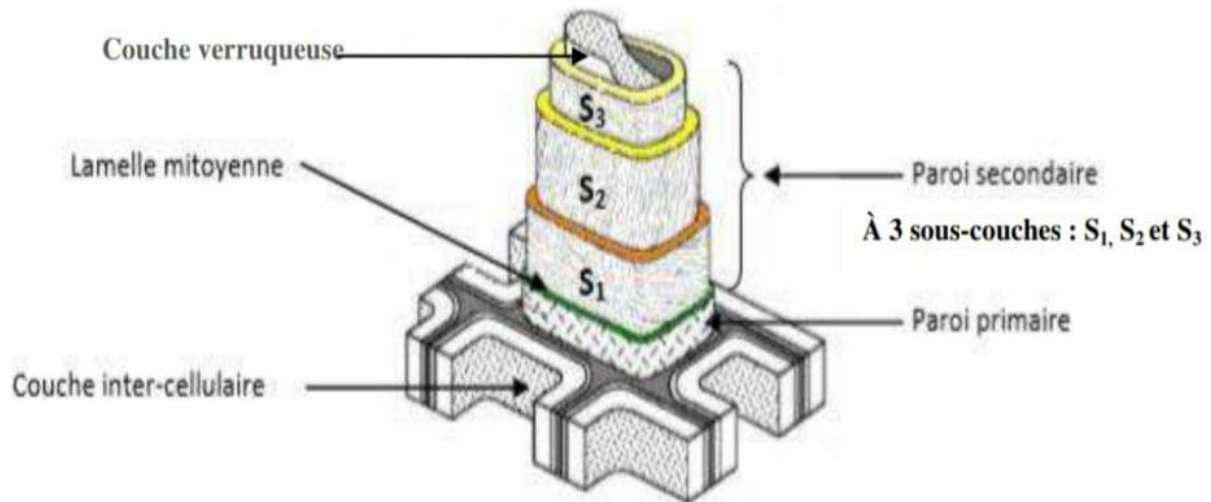


Figure I-4 : plan ligneux du bois d'un feuillus [10]

I.3. Ultrastructure du bois :

La formation de la paroi primaire est la première étape de la croissance cellulaire. Cette paroi est constituée de microfibrilles de cellulose, polymère du glucose, le tout est ensuite enveloppé d'une couche d'hémicelluloses, famille de polymères de divers sucres.

Au début de la croissance secondaire apparaît la lignine, qui remplit d'abord les espaces intercellulaire et constitue 90% de la lamelle mitoyenne. Ce processus appelé lignification, augmente considérablement la résistance du bois par les liaisons chimiques formées d'une part, et la création d'un liant entre les micros fibrilles d'autre part. [6]



FigureI-5 : représentation schématiques des parois cellulaire[8]

1.3.1. La couche intercellulaire :

La couche intercellulaire apparaît après la division de la cellule mère. Son épaisseur varie entre 0,5 et 1,5 μm . Cette couche permet de lier les cellules les unes aux autres, elle possède une importante quantité de lignine. Si certaines microfibrilles isolées traversent cette couche, son pourcentage en cellulose peut cependant être considéré comme négligeable.[5]

1.3.2. La paroi primaire :

Cette paroi très mince mesure environ 0,1 μm d'épaisseur. Comme la couche intercellulaire, elle contient une grande quantité de 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. [5]

1.3.3. La paroi secondaire :

Cette paroi est essentiellement constituée de microfibrilles de cellulose alignées parallèlement entre elles et déposées en hélice. Selon l'orientation des microfibrilles, trois sous-couches sont discernables :

- **La couche S1** est constituée de microfibrilles croisées, avec un angle compris entre 60° et 80° par rapport à l'axe de la cellule. Sa structure peut être considérée comme étant lamellaire (3 à 6 lamelles) et son épaisseur varie entre 0,1 et 0,35 μm .
- **La couche S2** constitue la partie la plus volumineuse de la paroi. Elle est composée de microfibrilles en hélice formant un angle 5° à 50° par rapport à l'axe de la cellule.

Cet angle dans les cellules du bois de printemps varie entre 30° et 50° et dans les cellules du bois d'été entre 5° et 30°. L'épaisseur de la couche S2 varie entre 1 et 10 µm ; elle présente 15 à 85% de l'épaisseur totale de la couche.

- **La couche S3** est relativement mince. Son épaisseur varie entre 0,1 et 1,1 µm. Elle est constituée de microfibrilles dont l'orientation varie entre 60° et 90° par rapport à l'axe de la cellule.

Chacune de ces trois contient également de la lignine et des hémicelluloses. [5]

II. Compositions chimiques :

Le bois est constitué principalement de cellulose, hémicellulose et lignine. À ces trois constituants, viennent s'ajouter des substances extractibles de nature organique et des substances minérales (cendres). Les extractibles sont déposés dans la paroi de la cellule pendant la duraminisation. [5]

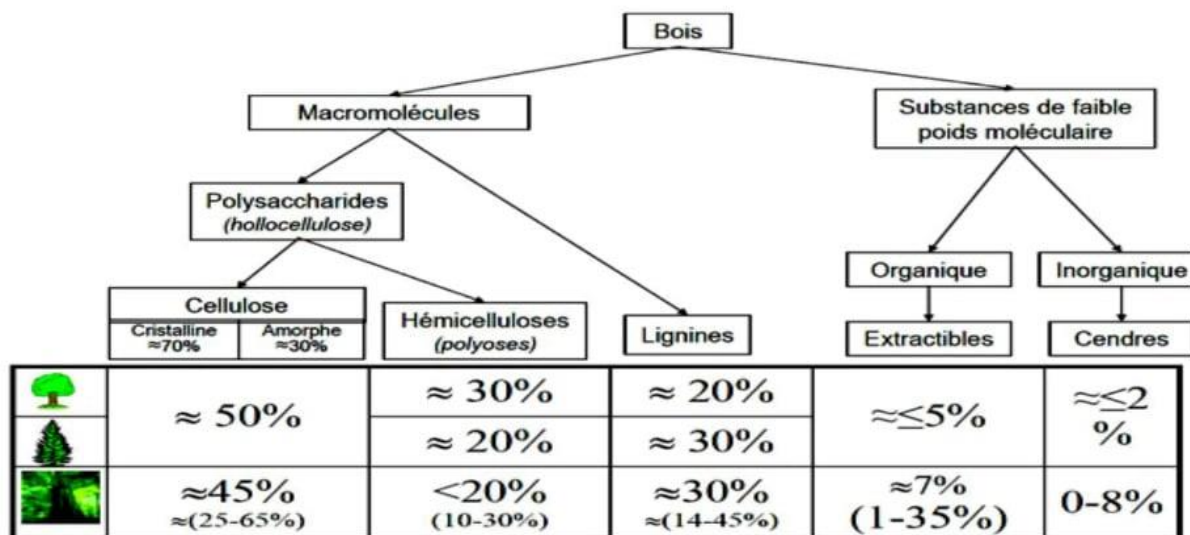


Figure I-6: Représentation schématique de la composition chimique simplifiée du bois [7]

II.1. La cellulose :

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, cellobiose. Les unités sont liées entre elles par des liaisons β(1-4)-glycosique (Figure I-7). Le degré de polymérisation (en glucose) peut atteindre 15000. [5]

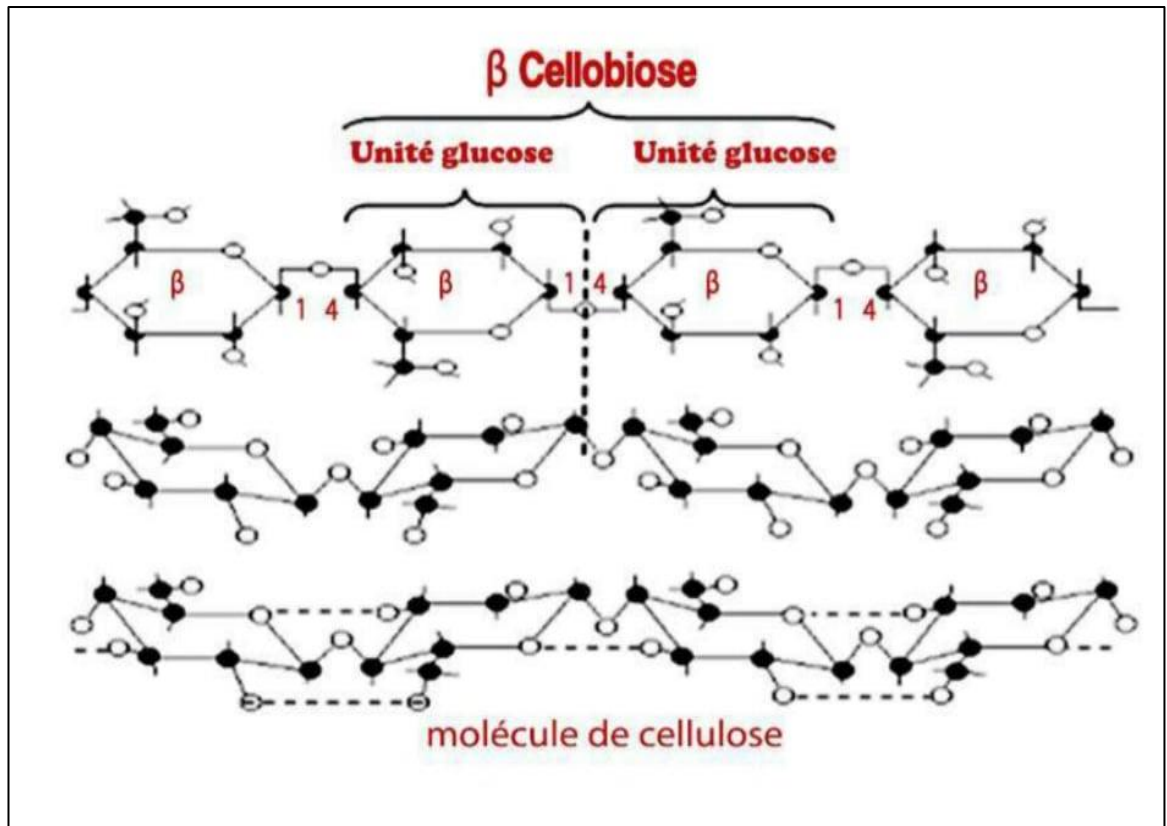


Figure I-7: motifs de la chaîne cellulosique[9]

Dans le bois, les chaînes moléculaires de la cellulose s'associent entre elles par des liaisons hydrogène intra et intermoléculaire (**Figure I-8**), et formant des faisceaux appelés micro fibrilles. Ces micros fibrilles présentent des zones cristallines et des zones amorphes (**Figure I-9**). Le degré de cristallinité de la cellulose du bois est de l'ordre de 60 à 70%. [4]

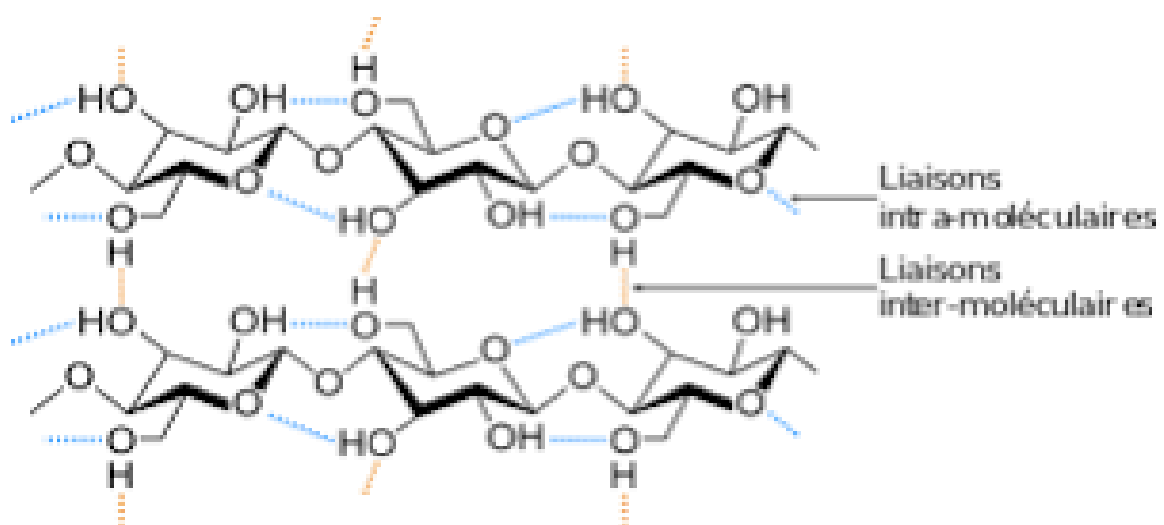


Figure I-8 :Représentation des liaisons hydrogènes entre les molécules de cellulose [5]

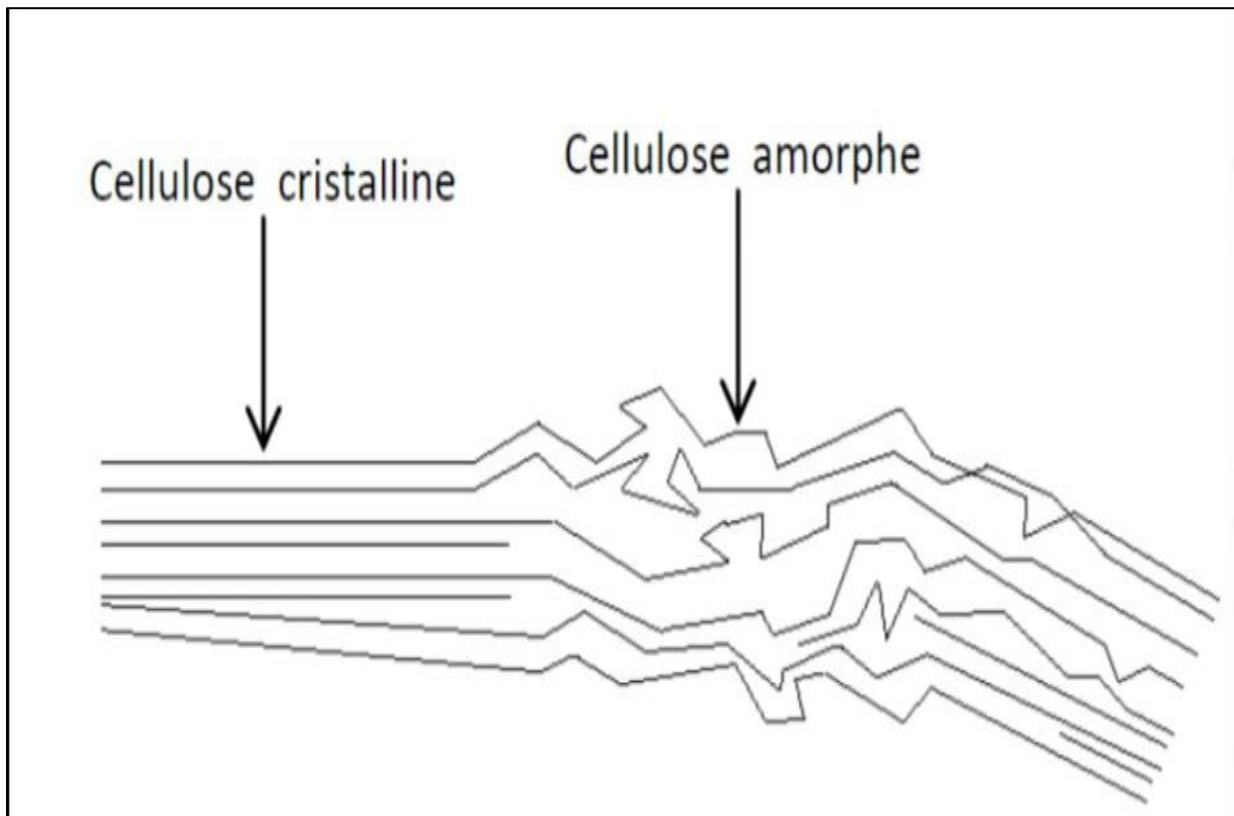


Figure I-9 : Structure amorphe et cristalline de la cellulose[8]

II.2. Les hémicelluloses :

La structure des hémicelluloses est proche de celle de la cellulose. La différence entre ces deux polysaccharides se trouve dans leur degré de polymérisation et les sucres les composants. Le DP des hémicelluloses est plus faible que celui de la cellulose car les chaînes sont plus courtes (entre 150 et 200 unités de sucre). En ce qui concerne les sucres, les hémicelluloses sont composés de 4 unités de sucres contrairement à la cellulose qui en contient deux. En effet, on retrouve les pentoses (xylose, arabinopyranose, arabinofuranose), les hexoses (glucose, galactose, mannose), les acides hexuroniques (acide galacturonique, acide glucuronique, acide méthylglucuronique) et les désoxy-hexoses (rhamnose, fucose). Ces sucres se retrouvent entre les fibrilles de cellulose et la lignine et ils y sont reliés, respectivement, par des liaisons hydrogènes et des liaisons covalentes. La valorisation industrielle des hémicelluloses est en plein essor ; on peut citer, à titre d'exemple, leur utilisation pour la synthèse et la production de matériaux filmogènes.[2]

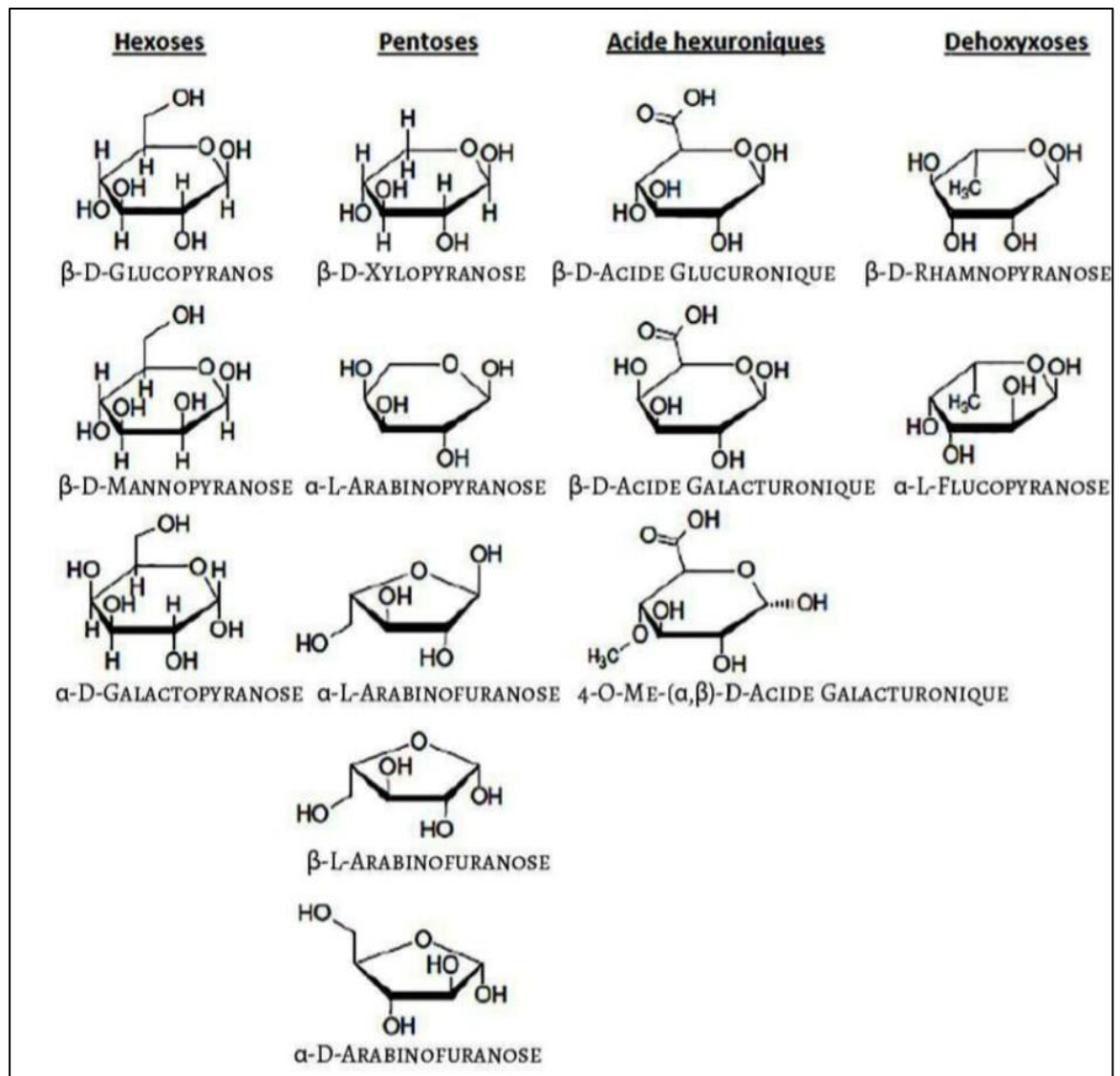


Figure I-10 :Les principaux monosaccharides composant les hémicelluloses[8]

II.3. Les lignines :

Ce sont des polymères tridimensionnels complexes, essentiellement phénolique, et dont la structure est différente selon la famille de bois et les éléments morphologiques (fibres, rayons, vaisseaux). Les lignines sont totalement amorphes, et présentent dans la lamelle mitoyenne sous forme d'un réseau 3D aléatoire ainsi que dans la paroi secondaire sous forme d'un réseau 2D organisé.

Les trois monomères sont des alcools phénylpropénoïques : p-coumarylique, conifénilique et sinapylique. Il s'agit de tannins, de pectines, de sucres et d'autres composés, incluant bien sûr la résine dans le cas d'un bois de résineux. [6]

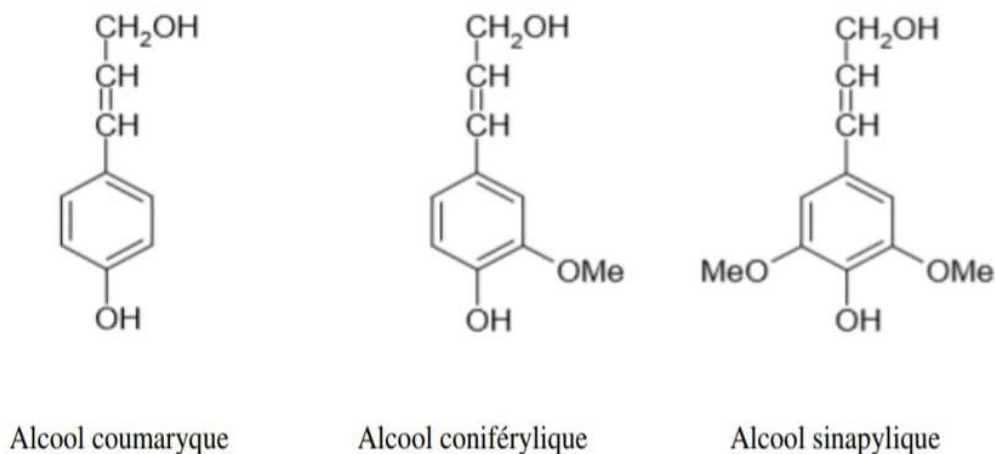


Figure I-11 : principaux monomères de la lignine (formules chimiques) [8]

Ces monomères diffèrent par le cycle qui peut être non méthylé (cycle H pour parahydroxy-benzoyl), méthylé (cycle G pour gaiacyl) ou deux fois méthylé (cycle S pour siringyle). L'acide conférilique est très abondant (80%) chez les conifères (Gymnospermes) et l'acide sinapylique (50%) chez les angiospermes. [8]

II.4. Extractibles (matières organiques):

Ce sont des molécules qui peuvent être extraites du bois par des solvants polaires (acétone, eau, éthanol) ou apolaires (toluène, cyclohexane, dichlorométhane). La teneur et la composition de ces extractibles varient fortement d'une essence à l'autre, les résineux en contenant généralement plus que les feuillus. Il existe trois types d'extractibles : les terpénoïdes (myrcène, limonène, α -pinène...), les composés aliphatiques (acides gras saturés et insaturés, triglycérides, alcaloïdes...) et les polyphénols (tannins condensés et hydrolysables, flavonoïdes, tropolones, stilbènes, quinones...). [5]

II.4.1. Les terpénoïdes :

Les terpénoïdes forment une classe très importante de composés organiques naturels, de formule générale $(C_5H_8)_n$ et de leurs dérivés, qui résultent formellement de la condensation de plusieurs molécules d'isoprène. Ils constituent le principe odoriférant des végétaux. Cette odeur est due à la libération des molécules très volatiles contenant 10, 15, 20 atomes de carbones. [11]

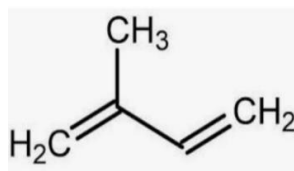


Figure I-12 : Structure chimique de l'isoprène [11]

II.4.2. Les composés aliphatiques :

Les corps gras d'origine végétale sont, en très grande majorité, constitués par des esters d'un trialcool, le glycérol, et d'acides linéaires à nombre pair d'atomes de carbone éventuellement insaturés ou porteurs d'une fonction alcool appelés acides gras (glycérides). Les cires végétales (cérides) sont des esters d'acides gras et d'alcools à longue chaîne. [11]

Groupe	Structure	Remarques
n-alcanes	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{CH}_3$	n=8.30
Alcools gras	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{CH}_2\text{OH}$	n=16.22
Acides gras	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$	n=10.24
Graisses(glycérol esters)	$\begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{OR} \\ \\ \text{CH}-\text{OR} \\ \\ \text{CH}_2-\text{OR} \end{array}$	R,R',R'' peuvent être des dérivés d'acides gras ou des hydrogènes
Cires(esters alcools)	$\text{RO}-(\text{CH}_2)_n-\text{CH}_3$ RO -stérol RO -hydroxy terpènes	R est un dérivé d'acide gras
Subérine	$(-\text{O}-(\text{CH}_2)_n-\text{CO}-)_m$ $(-\text{O}-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_n-\text{CO}-)_m$	n= 18 ;28

Tableau I-1 : les extractibles aliphatiques[13]

II.4.3. Les polyphénols :

Appelés également composés phénoliques, sont une famille de molécules organiques qui est spécifique au règne végétal et ils sont largement présents dans les tissus forestiers. Ces métabolites secondaires permettent de protéger l'arbre contre toutes les agressions extérieures (froid, UV, champignons, etc.). Ce sont ces molécules qui sont responsables de la coloration du bois par la présence de groupements chromophores capables d'absorber la lumière du visible et ils procurent à l'arbre et à l'écorce une senteur caractéristique. Les composés phénoliques sont constitués d'un noyau benzénique auquel sont directement liés un ou plusieurs groupements hydroxyles OH (phénol). Ces groupements hydroxyles peuvent être liés à d'autres fonctions chimiques ce qui conduit à une grande diversité de structure. Ces composés regroupent les polyphénols simples (un groupement phénolique) ou complexes qui sont composés d'une série de groupements phénoliques. [2]

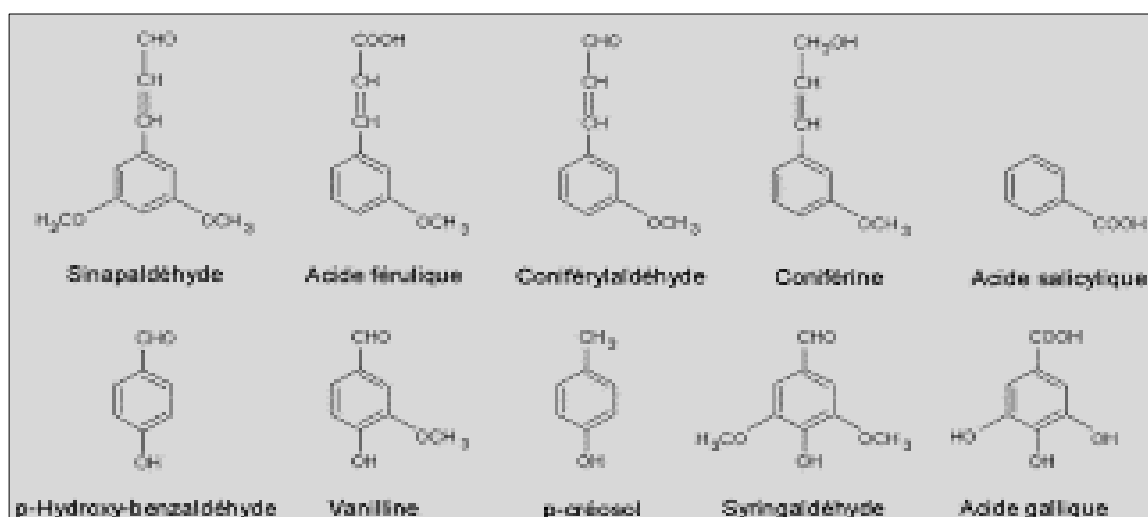


Figure I-13 : Composés phénoliques simples isolés du bois feuillu et de résineux. [8]

II.5. Les cendres (matières minérales) :

Ce sont les résidus minéraux obtenus après combustion du bois à haute température. Ce sont des constituants inorganiques qui représentent moins de 1 % de la masse du bois, mais ils sont plus importants pour la biomasse herbacée. Parmi les substances qui se trouvent dans la biomasse : CaO, K₂O, Na₂O, SiO₂, Fe₂O₃, P₂O₅, SO₃ et Cl. [4]

Les cinq premiers sont les principaux oxydes qui peuvent se trouver dans la cendre du bois, avec CaO le plus abondant. Il y a aussi des traces des métaux lourds dans la cendre du bois. [4]

A wooden signpost graphic consisting of a vertical post and a horizontal arrow pointing to the right. The wood has a natural grain texture. At the bottom of the post, there are several thin, curved lines representing grass or reeds.

CHAPITRE II

Matériels et méthodes

I. Matériel végétal

La matière végétal utilisée dans cette étude est constitué de quatre types différentes des déchets de menuiserie bois rouge, bois blanc, bois hêtre et osier. Les échantillons sont des poudres tamisées de diamètre 125 μm .

I.1.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 menuiseries pour réaliser des portes, des placards, du mobilier d'intérieur et peut être employé en extérieur lorsqu'il est traité thermiquement. [14]

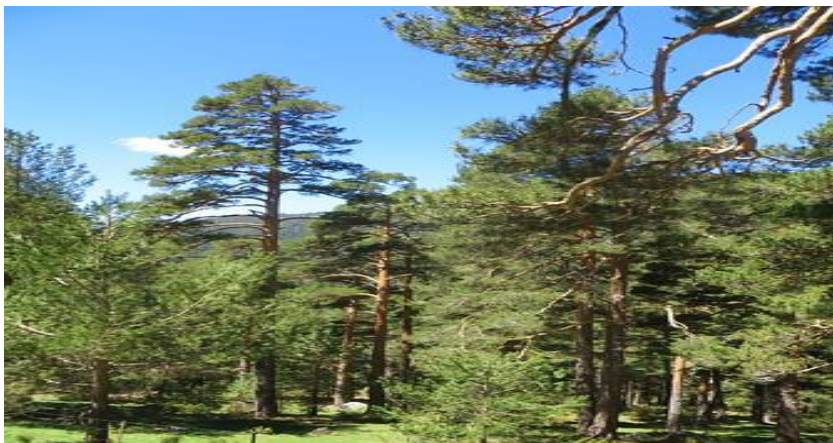


Figure II-1: Arbre du bois rouge⁶

I.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.

Son nom reflète la couleur blanchâtre de son écorce et le dessous blanc argenté de ses feuilles.

Cette espèce feuillue appartient à la famille des Salicacées. Dans certaines régions, on le surnomme « blanc de Hollande », « bouillard » ou « franc-picard. [15]



Figure II-2 : Arbre du bois blanc (Peuplier blanc)⁷

I.3.Bois hêtre

Le hêtre est une espèce d'arbre assez courante en Europe. Le nom scientifique est *fagussylvatica*. Le hêtre est un arbre de grandes dimensions.il peut atteindre 40 mètres de hauteur et son tronc peut dépasser 1,50 mètres de diamètre.

Le tronc est généralement droit et parfaitement cylindrique. L'écorce du hêtre est de couleur gris cendré clair et laisse .Le hêtre a de petites feuilles entières, vertes, elles sont bordées de petites poiles blancs.

Le hêtre donne un bon bois d'œuvre pour la construction, il est lourd, dur et se fend facilement .il est fourni aussi du combustible pour les poêles à bois. Il est également utilisé pour la pâte à papier.



Figure II-3: Arbre du bois hêtre⁸

I.4.Osier

L'osier est une jeune pousse de saule souple, Ce sont des arbres ou des arbustes des régions froides à tempérées, de la famille des *Salicaceae* (Salicacées). C'est dans le genre *Salix* que l'on trouve les espèces qui produisent l'osier. Il a pour particularité de pouvoir être plié, ce qui en fait le **matériau de base utilisé en vannerie**.

Il existe autant de variétés d'osier que de variétés de saule (*Salix*), soit environ **350 espèces**. Cependant, toutes ne présentent pas les mêmes qualités, ni coloris : on trouve de l'osier dont l'écorce va du blanc crème, en passant par la couleur acajou ou même du noir.

L'osier est léger et solide. Il permet de déplacer facilement le mobilier en osier des vérandas et terrasses. Il est aussi réputé pour sa résistance et sa durabilité. Il offre une bonne facilité pour le travailler du fait de sa souplesse⁹.



Figure II-4: L'osier⁹

II. Préparation des échantillons

Les différents types de bois (déchets de la menuiserie) ont subi un traitement préliminaire : broyage, tamisage, séchage.

Une fraction a été principalement utilisée dans nos études : granulométrie de 125 μm .

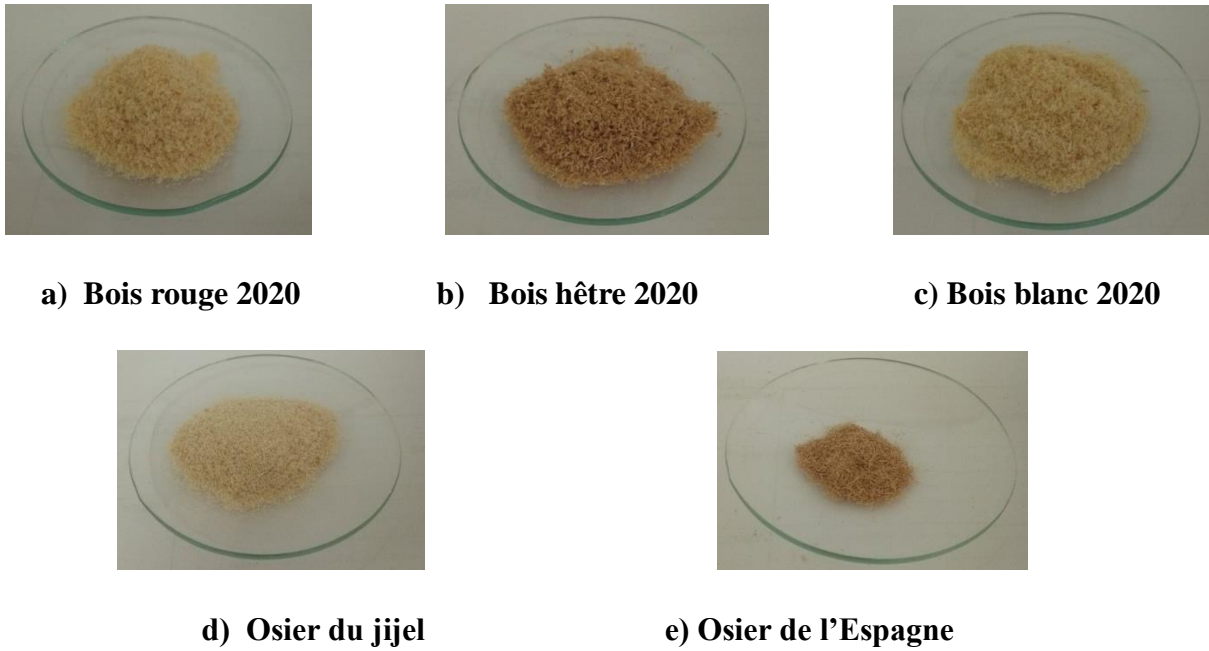


Figure II-5 : Echantillons à analyser

Tamisage

Les sciures du bois sont tamisées mécaniquement afin d'obtenir une farine de diamètre inférieur ou égale à $125\mu\text{m}$



Figure II-6: Tamiseuse de marque RETSCH

III. Les caractéristiques physiques

III.1. Détermination du taux d'humidité

Le taux d'humidité ou la teneur en eau correspond à la quantité d'eau perdue par une substance lors d'un chauffage à 105 °C durant un temps définit.

Elle s'exprimée en pourcentage en masse :

$$H(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_0} \times 100$$

m_0 : la masse du creuset(g) ;

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

m_2 : la masse du creuset et du résidu après chauffage jusqu'à poids constant.

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

➤ **Mode opératoire :**

- Peser les creusets à vide.
- Prendre 2g pour chaque échantillon.
- Placer les quantités déterminées des échantillons humides à tester dans les creusets et les numéroter.
- Peser l'ensemble et l'introduire dans une étuve pendant 24 heures à température de 105°C.
- Mettre l'ensemble des échantillons dans un dessiccateur, et peser ensuite chaque creuset.
- Déduire les masses humide et sèche de l'échantillon et calculer la teneur en eau(H)



a) Les échantillons dans l'étuve



b) les échantillons dans le dessiccateur

Figure II-7: les étapes du taux de l'humidité

III.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier(IRTf)

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse physique rapide, simple à mettre en œuvre et ne nécessitant que peu de quantité de matière à analyser. Basée sur les transitions entre les états vibrationnels et rotationnels d'une molécule, elle peut être employée tout aussi sur les échantillons brutes et purifiés. Dans le spectre infrarouge, la mesure spectrale repose sur l'évaluation de la quantité de lumière qui a été absorbée par l'échantillon.[16]

➤ **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, ensuite chaque échantillon est placé dans un Vial en diamant ou 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 qualitatifs car on peut observer une absorbance particulière à une zone de longueurs d'onde spécifiques d'un matériau.[2]



FigureII-8 : Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier(IRTf)

IV. Les caractéristiques chimiques

IV.1. Le taux de cendre

Le taux de cendre est le résidu en sels minéraux et en matières inorganique obtenu après combustion de l'échantillon à température égale à 550°C durant un temps définit. Il correspond au rapport de la masse obtenue par calcination à la masse initial de l'échantillon exprimé en pourcentage.

Le pourcentage en cendre ou la teneur en matière minérale est calculé selon cette équation :

$$TC(\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 : masse de creuset vide ;

m_1 : masse de l'ensemble creuset-échantillon sec(g) ;

m_2 : masse de l'ensemble creuset-échantillon calciné(g).

Afin de réaliser cette expérience, nous avons suivi la méthode décrite ci-dessous.

➤ Mode opératoire :

- Peser les creusets à vide et noter la masse m_0 ;
- Prendre 2 g pour chaque échantillon et l'additionner avec le poids de creuset et noter la masse m_1 ;
- Mettre l'ensemble dans le four à moufle à une température de 550°C pendant 3h30min c'est la durée que prend le matériel pour atteindre la température voulue).
- Retirer les creusets du four pour les laisser refroidir pendant 10 min ;
- Mettre en suite les échantillons dans le dessiccateur qui contient de la silice (la silice pour éviter le phénomène de l'humidité de l'air) et laisser refroidir jusqu'à température ambiante ;
- Peser alors les creusets et noter m_2 , une fois les creusets refroidis (pour déduire le poids de la matière minérale).



Figure II-9 : Échantillons du bois après la calcination

IV.2. Détermination du taux des polyphénols

Les produits utilisés

- Réactif de Folin-Ciocalteu diluée 10 fois (2,5 ml de FC+25ml d'eau distillée)
- Méthanol à 80%(80% de méthanol+20% d'eau distillée) ;
- Solution de Na_2CO_3 à concentration 74g/L
- Solution d'acide gallique (0,5g dissous dans un litre d'eau distillée)

IV.2.1. Extraction des polyphénols

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 à 80% comme solvant.[16]

Préparation des solutions à base des différents bois

0,005g de chaque échantillon est mis dans une solution de méthanol à 80% puis sous agitation pendant 120 min, au bout de cette durée ces solutions sont filtrées afin de récupérer les filtrats.

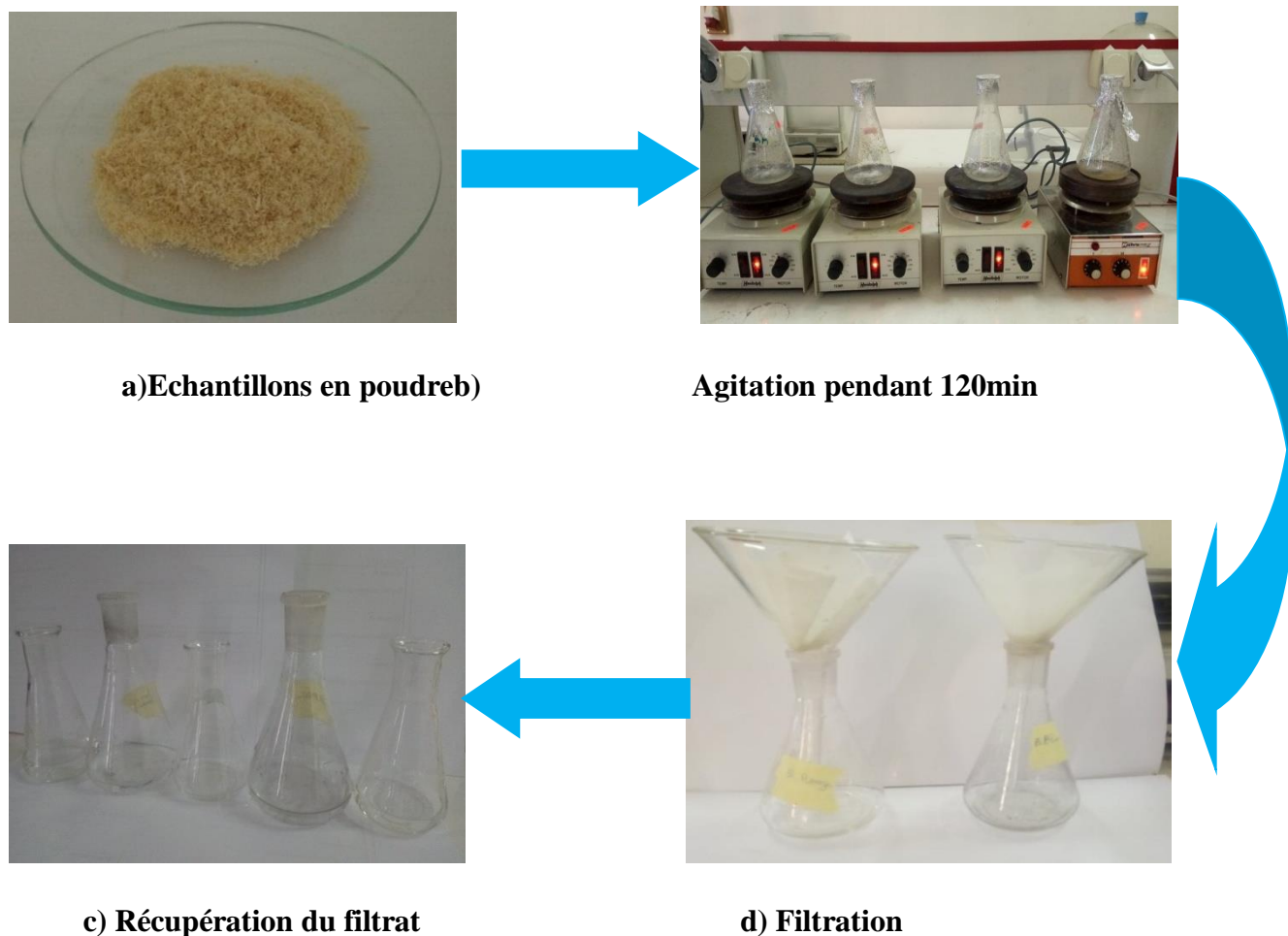


Figure II-10 : Les étapes de préparation des filtrats

IV.2.2.1. Dosage des phénols totaux par le réactif de Folin-Ciocalteu

Le dosage permet d'apprécier le taux en composés phénolique extractibles du bois, Il a été réalisé par la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu, en se basant sur une gamme étalon (acide gallique).[17]

Le réactif de Folin-Ciocalteu 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 (Riberau-Gayon, 1968). La coloration produite, dont l'absorption maximum à 760 nm, est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux¹⁰.

Le dosage des polyphénols a été effectué au laboratoire de chimie socle SNV à TAMDA à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible à doubles faisceaux du type «HELIOSEPSILON », la technique à doubles faisceaux nous a aidé à éliminer l'absorbance

du blanc et donner directement la densité optique de l'échantillon. Pour s'assurer de la fiabilité des résultats.

➤ **Mode opératoire :**

- Dans un tube à essai, mettre 0.5 mL de filtrat, ajouter 2.5 mL de réactif de Folin-Ciocalteu diluée.
- Après une minute de contact du F.C avec filtrat, on ajoute 2 ml de carbonate de sodium (Na_2CO_3) de concentration 74g/L.
- Nous avons homogénéisé et met les tubes à essai dans le bain-marie à $T= 50^\circ\text{C}$ pendant 5 minute.
- Nous avons mesuré ensuite l'absorbance de chaque échantillon à 760nm.

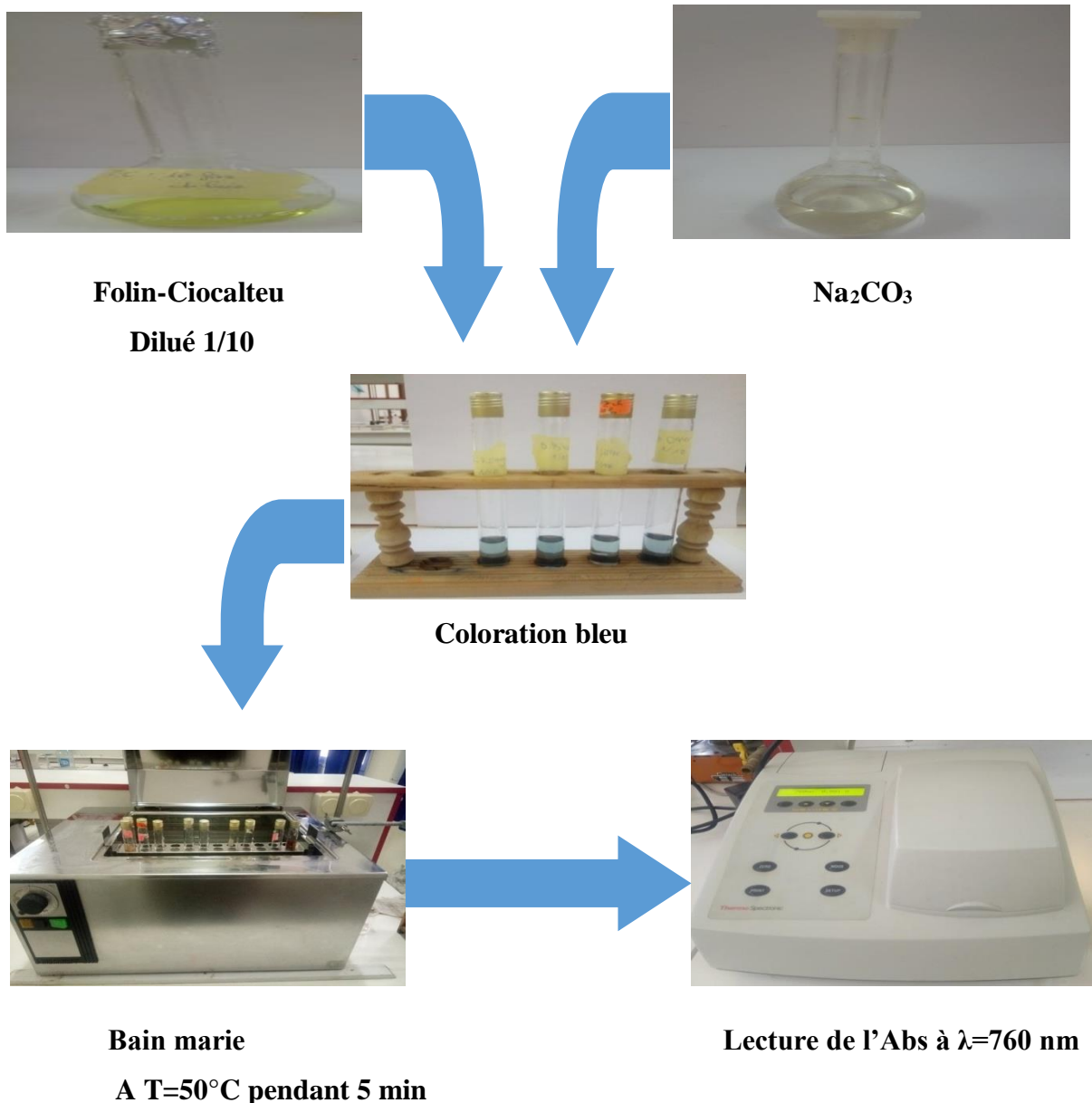


Figure II-11 : Les étapes du dosage des polyphénols

IV.2.2.2. Réalisation de la courbe d'étalonnage

Le taux de poly phénols totaux extraits, a été calculé à partir d'une courbe d'étalonnage linéaire ($y = ax$) établie avec des concentrations précises d'acide gallique g.L⁻¹ comme standard de référence.

➤ **Mode d'opérateur :**

- Préparation la solution mère d'acide gallique à 0,5g/L (on dissout 0,5g d'acide gallique dans un litre d'eau distillée) ;
 - Ensuite, préparation quatre solutions filles de concentration de 0,06 ; 0,12 ; 0,20 ; 0,28g/L à partir de la solution mère ;
 - On effectue la lecture de chaque solution fille dans la spectroscopie UV visible.
- ✓ Le pourcentage en polyphénol (équivalents en acide gallique) est calculé selon la formule suivante :

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

C : concentration en équivalent acide gallique g/L ;

V : volume de la solution ;

m : masse de l'échantillon .



Figure II-12: les solutions filles en acide gallique

IV.3. Dosage de la cellulose

Le dosage de la cellulose brute a été déterminé par la méthode de Weende qui se résume en 2 hydrolyses acides et une autre alcaline séparées par une filtration et un rinçage à l'eau chaude. Le résidu sec constitue la cellulose brute qui comprend la cellulose vraie l'hémicellulose et la lignine.

Le dosage de cellulose a été réalisé au sein de **SABRINNEL BORDJ ELBAHRI**

➤ **Mode opératoire :**

- Prendre 0,5 g (P_e) de l'échantillon dans l'erenmeyer à col rodé de 250 mL ;
- Ajouter 50 mL de H₂SO₄ ;
- Chauffer pendant 30 min ;
- Verser dans les tubes de centrifugation et centrifuger pendant 30 min ;
- Jetez le surnageant et rincer l'erenmeyer à l'eau distillée ;
- Mettre quelques gouttes d'indicateur coloré et neutraliser avec NaOH ;
- Recentrifuger pendant 30 min, jetez le surnageant, récupérer le culot avec 50 mL de NaOH et chauffer pendant 30 min ;
- Jetez le surnageant et rincer l'erenmeyer à l'eau distillée ;
- Recentrifuger pendant 30 min. Récupérer le culot dans des creusets en porcelaine, sécher pendant 24 heures à 50°C puis pesez P₁ ;
- Mettre au four à 550°C pendant 3 heures et pesez P₂.

✓ Le calcul du pourcentage de taux de la cellulose est donné selon la formule suivante :

$$\varphi(\%) = \frac{P_2 + P_1}{P_e} \times 100$$

P₁ : poids du culot après le séchage ;

P₂ : poids du culot sec ;

P_e : poids de l'échantillon.



a) Montage d'extraction de la cellulose

b) Centrifugeuse

Figure II-13 : Technique du dosage de la cellulose

IV.4. Extraction de la lignine avec un détergent acide (ADL selon Van Soest)

Le principe de la méthode **Van Soest** il s'agit d'une solution commerciale d'acide sulfurique à 72% qui solubilise les celluloses. La fraction restante correspond aux lignines et la matière minérale.

➤ Mode d'opérateur :

- Peser dans un creuset 1g d'échantillon broyé avec une précision de 1mg ;
- Ajouter 100ml de solution de détergent acide à température et quelque gouttes de n-octanol ;
- Chauffer à ébullition sous reflux pendant 60 min à partir du début de l'ébullition ;
- Filtrer et laver 3 fois avec de l'eau bouillante, puis 2 fois avec 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

- ✓ Le calcul de la lignine insoluble dans le détergent acide selon l'équation suivante (KLASO) :

$$ADL(\%) = \frac{P_2}{P_1} \times 100$$

P₀ : poids du creuset ;

P₁ : poids de l'échantillon x ;

P₂ : poids du résidu.

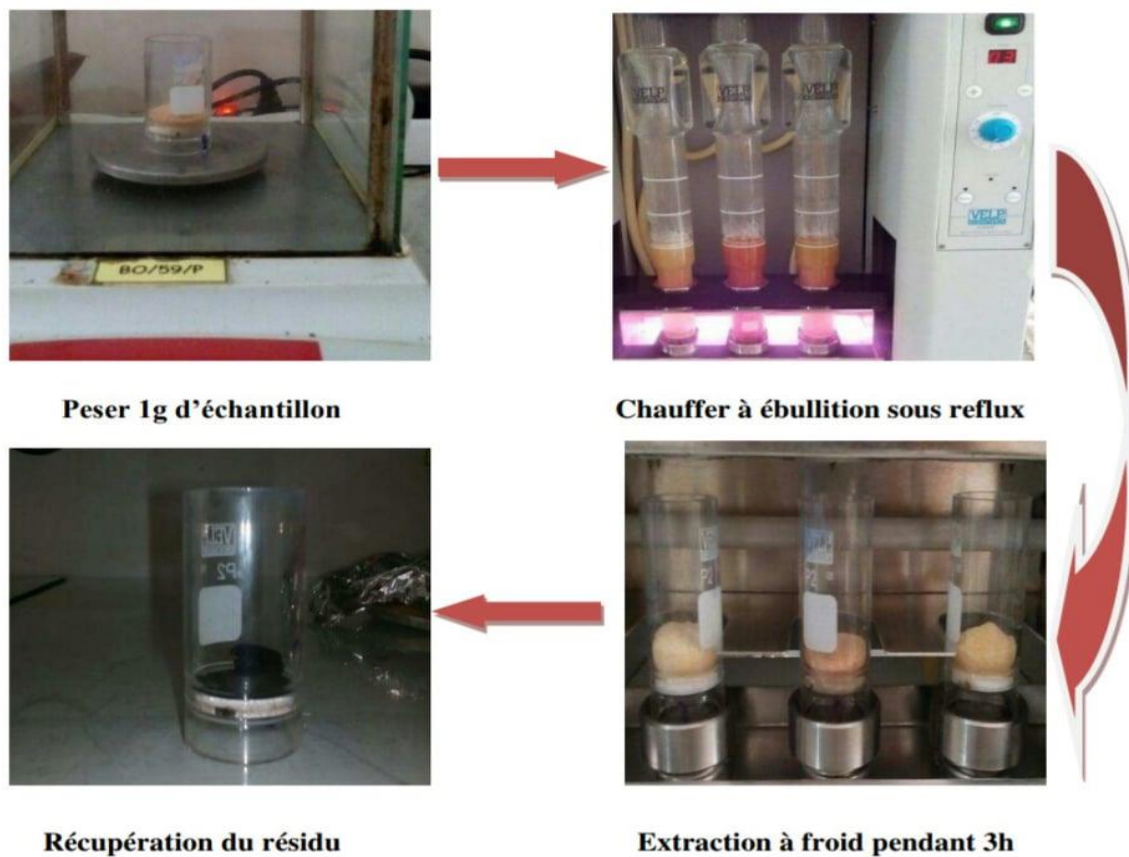


Figure II-14 : Les différentes étapes d'extraction de la lignine (Originale, 2019).

V. Caractérisation anatomique

V.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Principe de fonctionnement du MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie électronique pour l'observation de

la surface. Elle est basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons est projeté sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre le faisceau incident d'électron primaires et l'échantillon génère principalement trois types d'émissions qui apportent différents types d'informations sur la matière dont est constitué l'échantillon. [18]

L'échantillon et sa préparation

L'échantillon va participer activement au processus de formation de l'image. Sa nature chimique et son numéro atomique déterminent le résultat de l'interaction avec le faisceau incident. Mais le microscope impose ses conditions préalables.

- Les échantillons doivent respecter :
 - La comptabilité avec le vide ;
 - La conductibilité électronique ;
 - La tenue au faisceau d'électron. [19]
- Le MEB est un appareil qui peut travailler dans deux milieux différents :
 - Mode conventionnel pour les échantillons conducteurs.
 - Mode environnemental qui est réservé à l'analyse des échantillons isolants (céramique, polymère,...) ou biologique (vivants). [19]

Les structures microscopiques des différents échantillons, ont été analysés avec microscope électronique à balayage de type PHILIPS XL 20 au niveau du laboratoire de recherche (Hasnaoua) de l'Université de Mouloud Mammeri.

➤ Mode d'opérateur :

- Coller l'échantillon à analyser sur un porte échantillon en métal de forme circulaire, adaptable au porte-objet du microscope ;
- Placer le dispositif contenant les échantillons dans la chambre intérieure de microscope celui-ci peut être déplacé à l'aide de verniers, permettant de réaliser le balayage. [22]

I. Détermination du taux d'humidité :

« Le bois est hygroscopique, il gagne et perd de l'humidité en fonction des conditions du milieu environnant ⁴ ».

Les résultats de calcul de taux d'humidité sont résumés dans l'histogramme suivant :

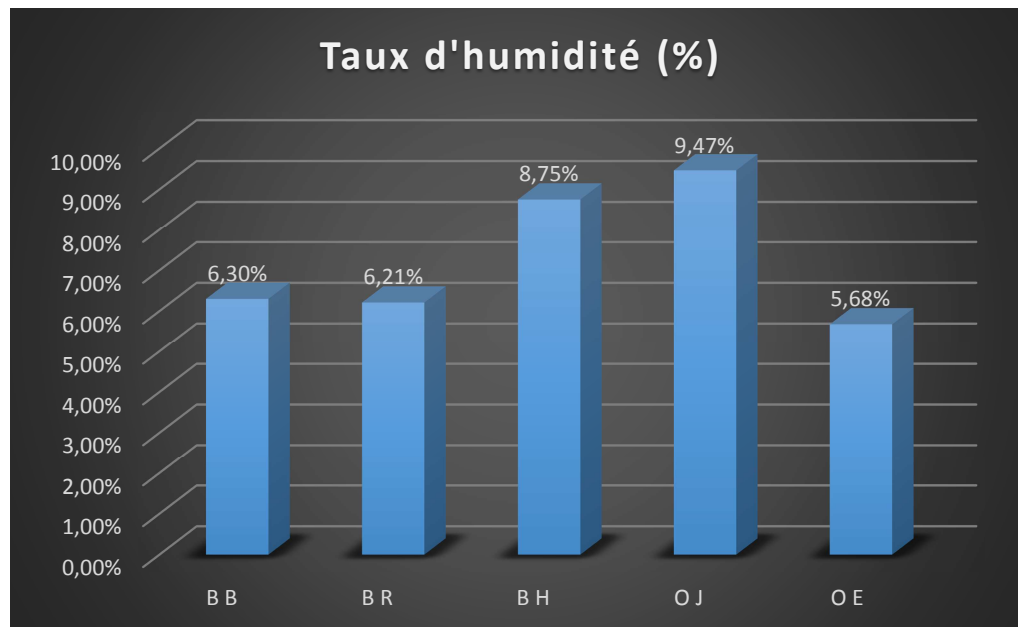


Figure III-1 : Histogramme du taux d'humidité

D'après les résultats, on remarque une variation de taux d'humidité dans chaque échantillon. **6,30%** pour le **BB**, **6,21 %** pour le **BR**, **8,75%** pour le **BH**, **9,47%** pour l'**OJ**, **5,68%** pour l'**OE**.

Le taux d'humidité est élevé dans les deux fibres (**BB** et **BH**) **6,30%** et **8,75%** respectivement par rapport à la fibre du **BR** qui est à **6,21%**, cela est dû à la microstructure du bois, il est plus faible chez les résineux (**BR**) que chez les feuillus (**BB** et **BH**), ainsi que le caractère hydrophile, la nature du sol et la durée d'exposition, notamment le bois dur sèche lentement par rapport aux bois tendre et aux bois résineux.

On remarque aussi que le taux d'humidité est élevé dans la fibre **OJ** (**9,47%**) par rapport à la fibre **OE** (**5,68%**), cette différence est probablement due à la saison de la cueillette de la plante. La plupart des saules se couvrent à l'automne d'une cire hydrophobe qui les protège de la déshydratation en hiver¹¹.

II. Détermination du taux de cendres :

« Le bois a un taux de cendre moyen compris entre 0.5 et 1.5 de la masse anhydre¹²»

Les résultats de calcul de taux de cendres sont résumés dans l'histogramme suivant :

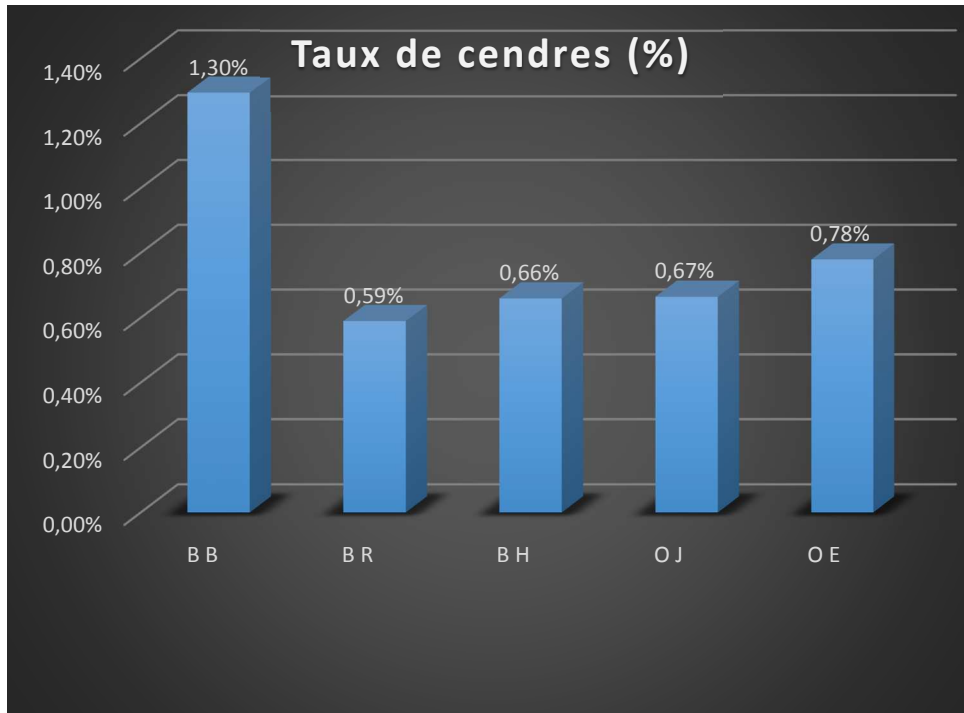


Figure III-2 : Histogramme du taux De cendres

A partir de ces résultats, on constate qu'après la combustion du bois, la matière organique est totalement carbonisée, il ne reste que la matière minérale. [20]

La teneur en cendre diffère d'un échantillon à un autre, **1,30%** pour le **BB**, **0,59 %** pour le **BR**, **0,66%** pour le **BH**, **0,67%** pour l'**OJ**, **0,78%** pour l'**OE**.

La teneur en matière minérale est fortement élevée dans la fibre de **BB (1,30%)** que le **BH (0,67%)** et le **BR (0,59%)** cela est dépend de la règle générale : « les cendres des feuillus sont en générale plus riche que celles de résineux⁵ ».

On remarque une légère différence entre les saules d'osier, **OE (0,78%) OJ (0,67%)**, est dûe probablement à la nature du sol, la région.

III. Détermination du taux de polyphénols :

Les résultats de calcul de taux de polyphénols sont résumés dans l'histogramme suivant :

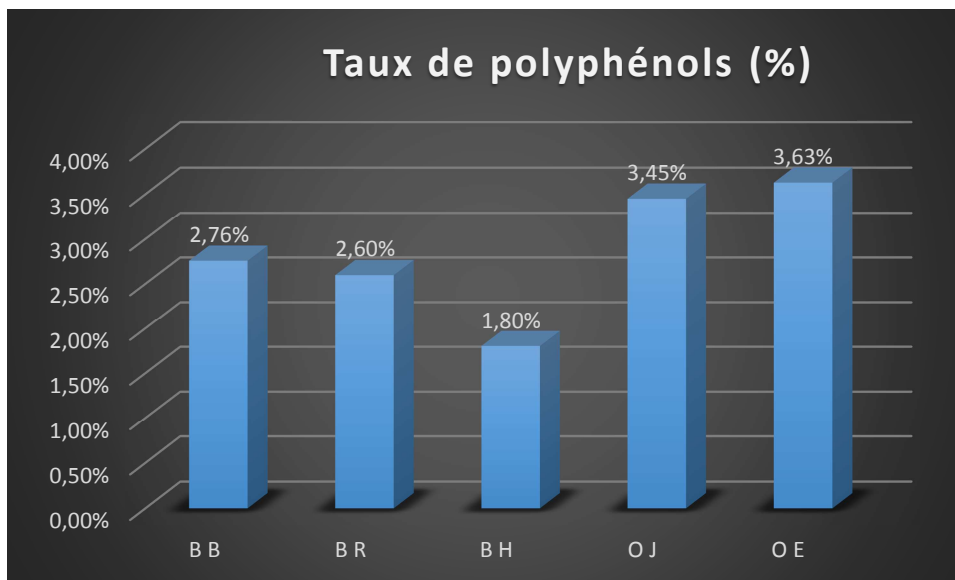


Figure III-3 : Histogramme du taux de polyphénols

Ces résultats montrent que le taux de polyphénols varie d'une fibre à une autre, **2,76%** pour le **BB**, **2,60 %** pour le **BR**, **1,80%** pour le **BH**, **3,45%** pour l'**OJ**, **3,63%** pour l'**OE**.

On constate que la fibre d'osier a un taux de polyphénols plus élevé que celle du bois (**BB**, **BR** et **BH**), cela est peut-être dû à l'espèce, l'environnement géographique.

La fibre de hêtre a un taux plus faible probablement dû à un conservateur chimique, puisqu'il s'agit du bois traité de menuiserie.

IV. Détermination du taux de cellulose :

La **Figure III-4** résume les résultats du taux de cellulose de nos échantillons obtenus au sein de laboratoire **SABRINNEL BORDJ ELBAHRI**.

Le résultat de calcul de taux de cellulose sont résumé dans l'histogramme suivant :

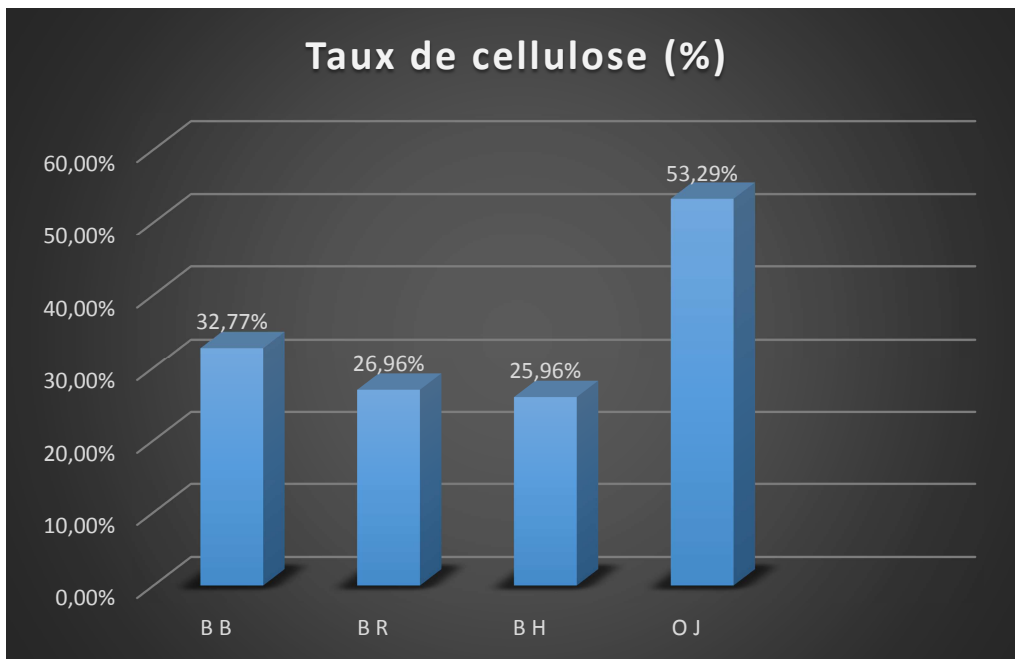


Figure III-4 : Histogramme du taux de cellulose

Ces résultats montrent que le taux de polyphénols varie d'une fibre à une autre, **32,77%** pour le **BB**, **26,96 %** pour le **BR**, **25,96%** pour le **BH**, **53,29%** pour l'**OJ**

D'après les résultats, on remarque que il y a une variation du taux de cellulose entre les fibres, il est plus élevé dans la fibre du **BB32, 77%** par rapport à les deux fibres **BR** et **BH**, **26,96 %** et **25,96%** respectivement, et une légère différence entre ces deux derniers.

Le taux de cellulose est peut-être dû à son anatomie, souvent l'osier des zones tempérées a un taux de cellulose élevé.[21]

V. Détermination du taux de lignine :

La **Figure III-5** résume les résultats du taux de lignine des échantillons obtenus au sein de laboratoire **SABRINNEL BORDJ EL BAHRI**.

Le résultat de calcul de taux de cellulose sont résumé dans l'histogramme suivant :

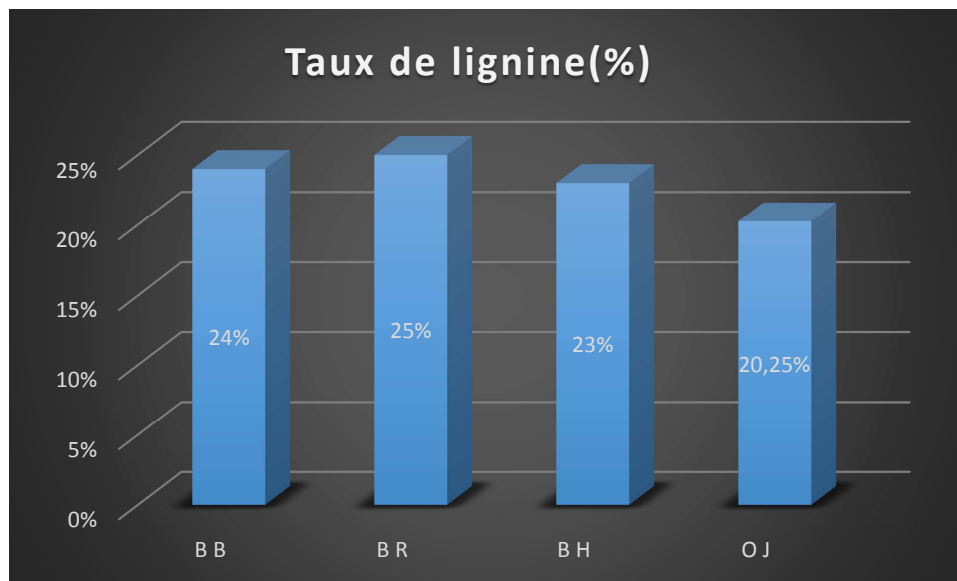


Figure III-5 : Histogramme du taux de lignine

Le taux de lignine reste élevé pour le bois rouge, car il appartient aux résineux. Le bois blanc, bois hêtre et l'osier ont un taux de lignine similaire.

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.

VI. Analyse des échantillons par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) :

Les résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) des différentes farines du bois sont représentés dans la **Figure III-6** et la **Figure III-7**.

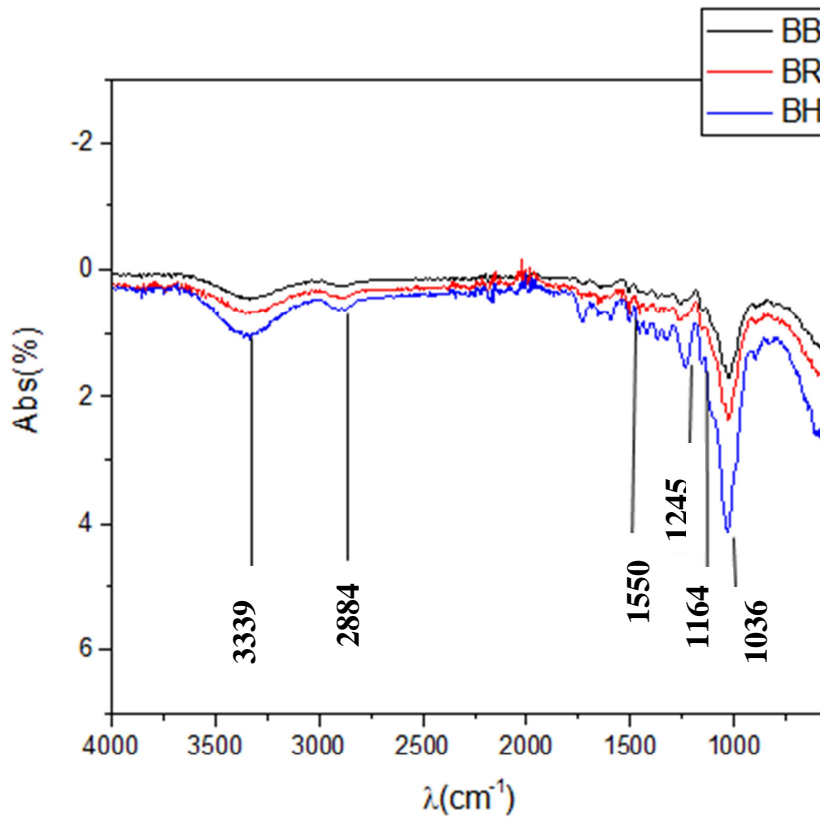


Figure III-6: Spectre IR des trois fibres du bois

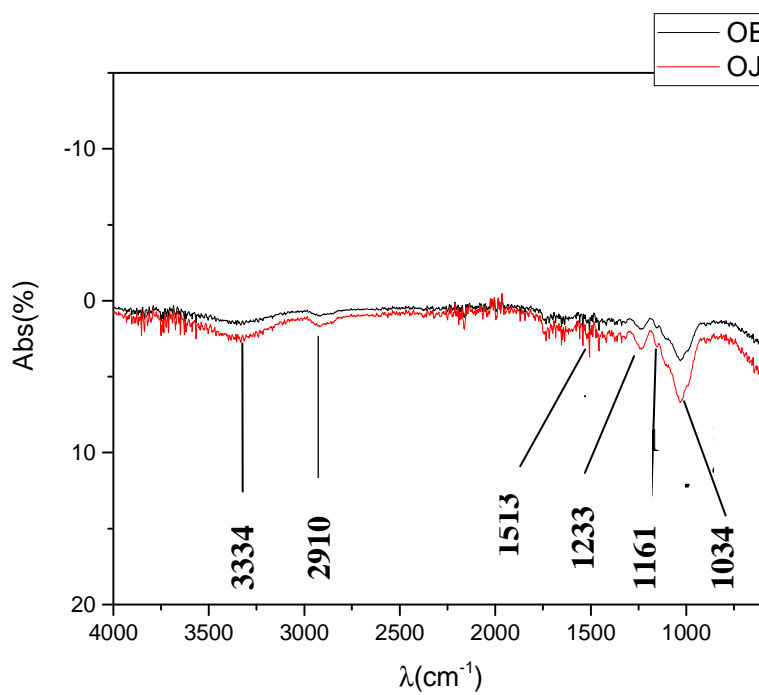


Figure III-7: Spectre IR des deux fibres d'osier

L'analyse par **IRTF** obtenue montre la présence de différentes bandes de vibration. Chaque bande d'absorption qui apparaît sur le spectre correspond à une fonction ou à un groupement chimique. Les différentes bandes caractéristiques des constituants de nos charges sont résumées dans le **tableau II**

Tableau II : Les bandes d'absorption enregistrées pour les différentes fibres étudiées par IRTF

Nombre d'ondes cm^{-1}					Type de vibration cm^{-1}	
Bois Blanc (BB)	Bois Rouge (BR)	Bois Hêtre (BH)	Osier d'Espagne (OE)	Osier de Jijel (OJ)		
3339	3339	3339	3343	3343	Vibration d'élongation des groupements hydroxyles O-H	Polysaccharides
2884	2884	2884	2910	2910	Vibration d'élongation symétrique des liaisons C-H du groupe CH_2	Polysaccharides et graisses
1505	1505	1505	1513	1513	Vibration de déformation au sein ses cycles benzéniques	Lignine
1245	1245	1245	1233	1233	Déformation des groupements acétyles	Lignine
1452	1452	1452	1453	1453	Vibration de déformation des liaisons -CH	Pectine, lignine, hémicellulose et pectates de calcium
1164	1164	1164	1161	1161	Vibration d'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C	Cellulose et hémicellulose
1036	1036	1036	1034	1034	Vibration d'élongation C-O aliphatique	Cellulose

La large bande observée aux alentours de $3339\text{-}3343\text{ cm}^{-1}$ est attribuée à la vibration d'élongation des groupements hydroxyles et plus particulièrement de la liaison -OH dans les structures phénoliques et aliphatiques de la cellulose. La bande à 2884 cm^{-1} correspond aux vibrations par élongation des groupements C-H des fragments aliphatiques. La bande à 2850 cm^{-1} est caractéristique des vibrations d'élongation de la liaison CH_2 (méthylène) des groupes méthoxyl aromatiques de la lignine. La bande à 1505 cm^{-1} est attribuée aux vibrations de déformation au sein des cycles benzéniques. Cependant, ce pic est attribué aux vibrations de déformation de la double liaison C=C du cycle aromatique de la lignine [2].

Les vibrations de déformation des liaisons -CH combinées aux vibrations du cycle aromatique des pectines, lignines, et hémicellulose sont détectées aux alentours de 1450 cm^{-1} . La bande à 1245 cm^{-1} est attribuée à la déformation des groupes acétyles de la lignine.

La bande à 1164 cm^{-1} provient de l'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C des hémicelluloses et principalement de la cellulose [2]. Le pic à 1036 cm^{-1} est indicatif des élongations C-O à la position C-3, des élongations C-C et C-O à la position C-6 de la cellulose.

Enfin, les vibrations de déformation du plan C-H aromatique sont détectées pour toutes les longueurs d'ondes inférieures à 900 cm^{-1} [2].

L'analyse de ces spectres d'absorption infrarouge montre une similitude entre la composition structurale (cellulose, hémicellulose, lignine et pectines) de ces farines.

VII. Analyse de morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) :

La microscopie électronique à balayage (**MEB**) a été utilisée pour décrire la microstructure de la surface des échantillons afin d'améliorer les connaissances anatomiques et de faciliter l'identification du bois de hêtre, bois blanc et bois rouge.

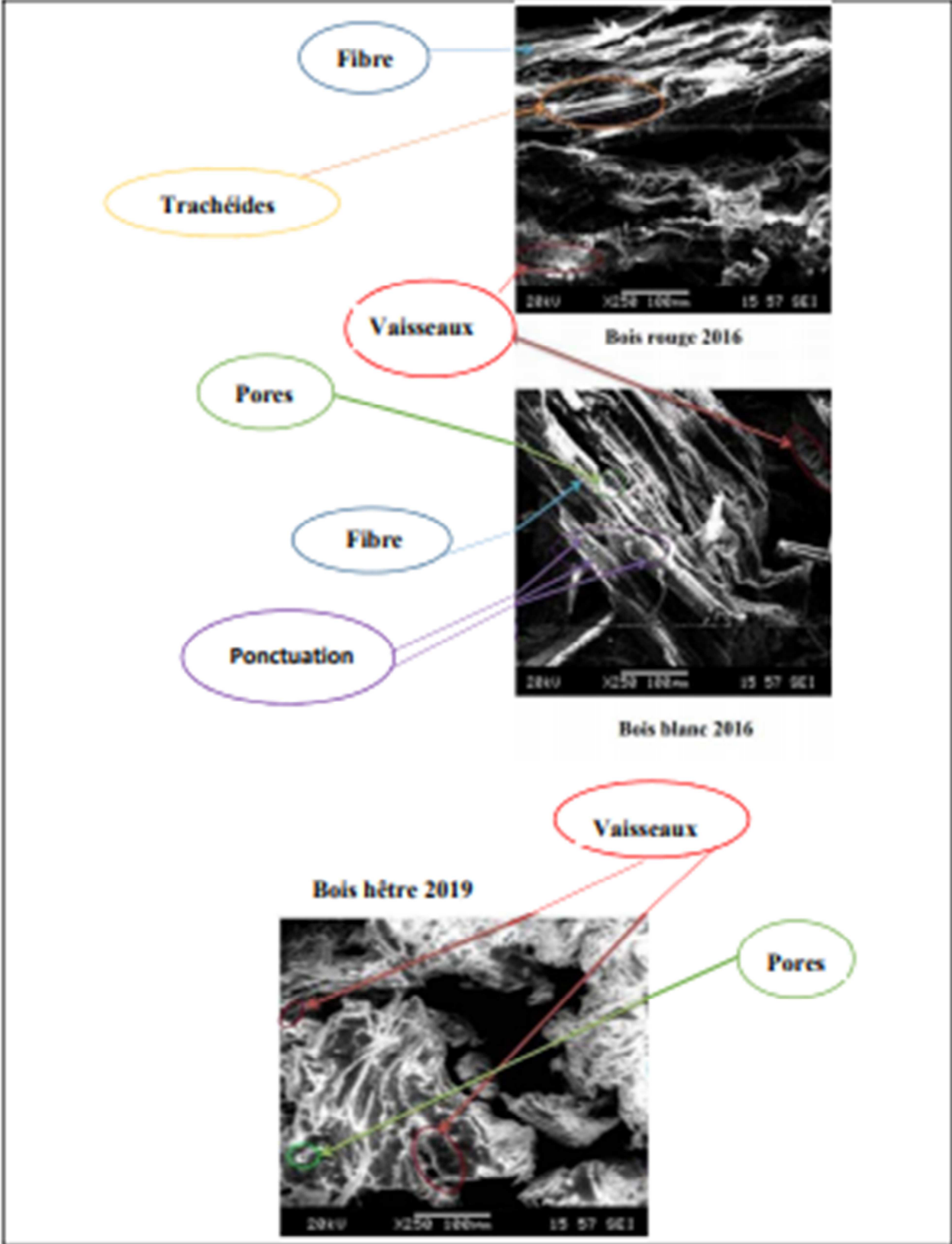
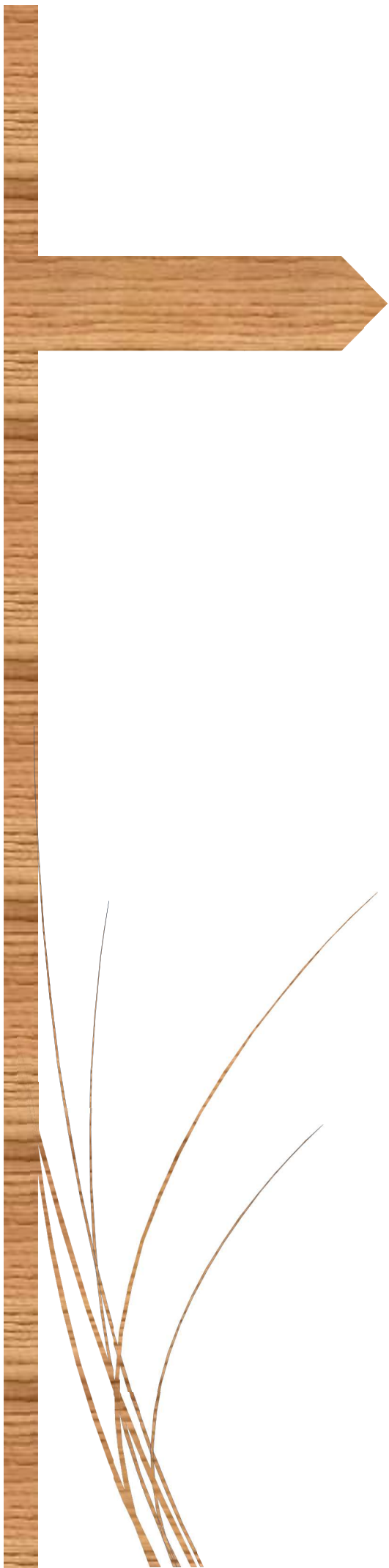


Figure III-9 : microstructure MEB

En vue macroscopique, les résineux (BR) montrent une structure relativement simple et uniforme, constituée de trachéides et parenchymes. Ainsi des éléments constants: trachéides longitudinales et rayons ligneux et des éléments peu commun : canaux résinifères, parenchymes longitudinaux et trachéides radiales ¹³.

Par contre, les feuillus (BB et BH) ont une structure diversifié et présence de cellules spécialisées. Ainsi des éléments constants : vaisseaux, fibre, parenchymes longitudinaux, rayons ligneux et des éléments peu commun : Trachéides, canaux sécréteurs ¹³.



Conclusion

Notre travail s'est porté sur la caractérisation des différentes fibres (BB, BR, BH, OJ et OE) afin de les valoriser pour le domaine agricole.

Nous avons utilisé des déchets de menuiserie (BB, BR, BH) et des déchets de véneries (OJ, OE). Nous avons déterminé le taux d'humidité, on a cependant constaté qu'il variait d'une espèce à une autre (il est de 6,30% pour BB, 6,21% pour le BR, 8,75% pour BH, 9,47% pour l'OJ et 5,68% pour l'OE).

Ces taux d'humidité dépendent de plusieurs facteurs, tel que le stockage, l'environnement.

La teneur en cendre correspond à la littérature ne dépassant pas 1,5%.

Le taux de polyphénols varie d'une essence à une autre, il est de 2,76% et 2,60% respectivement pour BB et BR il reste plus faible pour le hêtre de 1,80% ce qui explique sa faible durabilité, la fibre d'osier a un taux de polyphénol plus élevé.

Le taux de cellulose et de lignine varie d'une espèce à une autre. Le pourcentage élevé de cellulose de l'osier est dû à son anatomie.

Le spectre Infrarouge a révélé les bandes caractéristiques (lignine, cellulose, hémicellulose, pectine).

Les résultats obtenus lors de la caractérisation de ces fibres nous ont permis d'élaborer un mélange fibreux, voir un paillage pour remplacer un fertilisant chimique et couteux. Ces composés fibreux pourront servir de désherbant, et même la formation d'humus dans le sol.

Cependant une étude approfondie des fibres reste encore à faire, une identification des polyphénols par HPLC, une RMN, ses tests sur un sol agricole seraient souhaitables.

Annexe 1 : Le tableau suivant donne les résultats de taux d'humidité

Tableau III : Résultats du taux d'Humidité

Fibres du bois	m ₀	m ₁	m ₂	H(%)
Bois rouge	11,6267	13,6267	13,5097	6,2134
Bois blanc	11,9573	13,9573	13,8387	6,3038
Bois hêtre	11,6274	13,6274	13,4664	8,7547
Osier Espagne	13,2398	15,2398	15,1323	5,6803
Osier Jijel	13,2399	15,2399	15,0669	9,4690

Annexe 2 : Le tableau suivant donne les résultats de taux de cendres

Tableau IV: Résultats du taux de cendres

Fibres du bois	m ₀	m ₁	m ₂	C(%)
Bois rouge	11,9715	15,9715	13,9833	0,59
Bois blanc	13,6093	15,6093	11,6352	1,295
Bois hêtre	11,6414	13,6414	11,6547	0,66
Osier Espagne	13,2540	15,2540	13,2696	0,78
Osier Jijel	13,2558	15,2558	13,2691	0,665

Annexe 3 :La figure montre les résultats liés à l'étalonnage par l'acide gallique

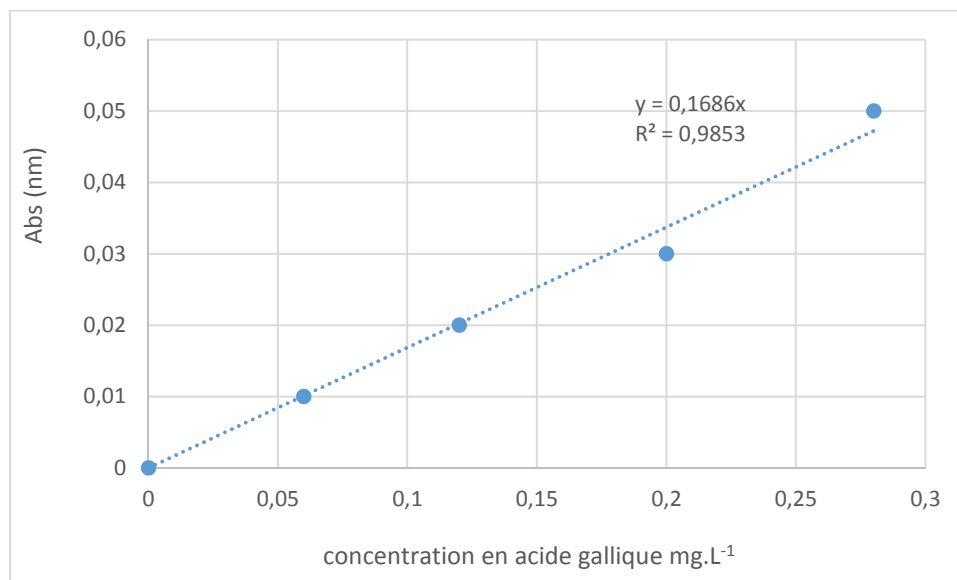


Figure-1 : la courbe d'étalonnage des taux de polyphénols

Annexe 4 : Le tableau suivant donne les résultats liés à l'étalonnage de l'acide gallique

Tableau V : Résultats de la courbe d'étalonnage

C (g.L ⁻¹)	0	0,06	0,12	0,2	0,28
Absorbance (nm)	0	0,01	0,02	0,03	0,05

Annexe 5 : Le tableau suivant donne les résultats de taux de polyphénols

Tableau VI : Résultats du taux de polyphénols (Folin-Ciocalteu dilué 10 fois)

N° d'essai	Abs	Bois rouge	Bois blanc	Bois hêtre	Osier Espagne	Osier Jijel
1	Abs1	0,475	0,448	0,420	0,431	0,527
2	Abs2	0,451	0,425	0,241	0,705	0,606
3	Abs3	0,470	0,440	0,253	0,700	0,612
	Abs moy	0,465	0,438	0,304	0,612	0,582
	Taux de polyphenols (%)	2,758	2,598	1,803	3,630	3,452

Annexe 6 : Le tableau suivant donne les résultats de taux de cellulose

Tableau VII : Résultats du taux de cellulose

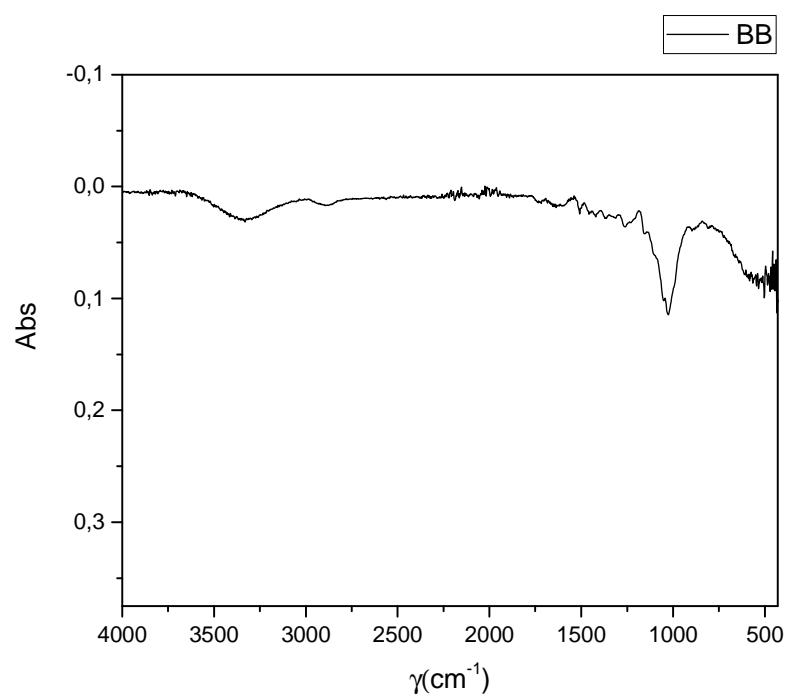
Fibre du bois	Taux de cellulose (%)
Bois blanc	32,77
Bois rouge	26,96
Bois hêtre	25,96
Osier de Jijel	53,29

Annexe 7 : Le tableau suivant donne les résultats de taux de lignine

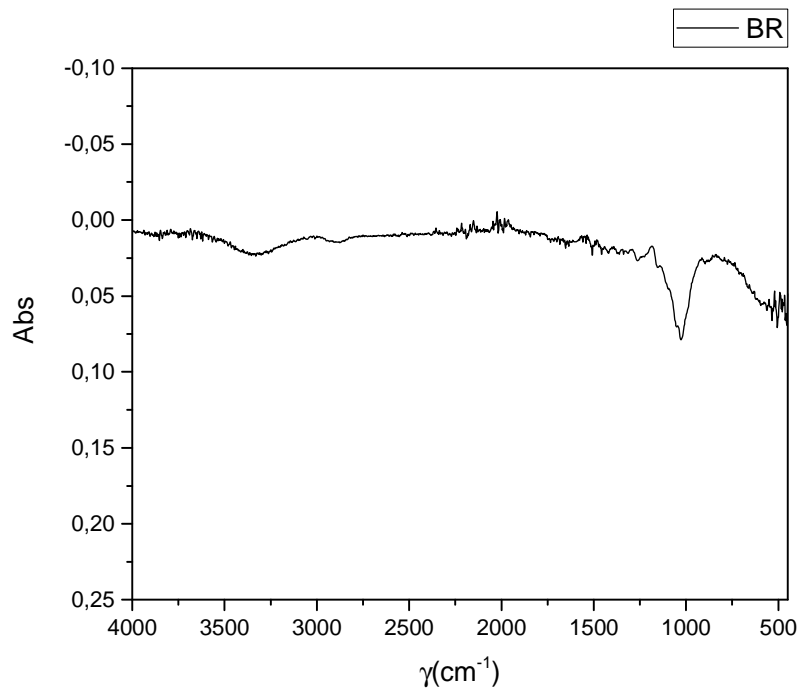
Tableau VIII : Résultats du taux de lignine

Fibre du bois	Taux de lignine (%)
Bois blanc	24
Bois rouge	25
Bois hêtre	23
Osier de Jijel	20,25

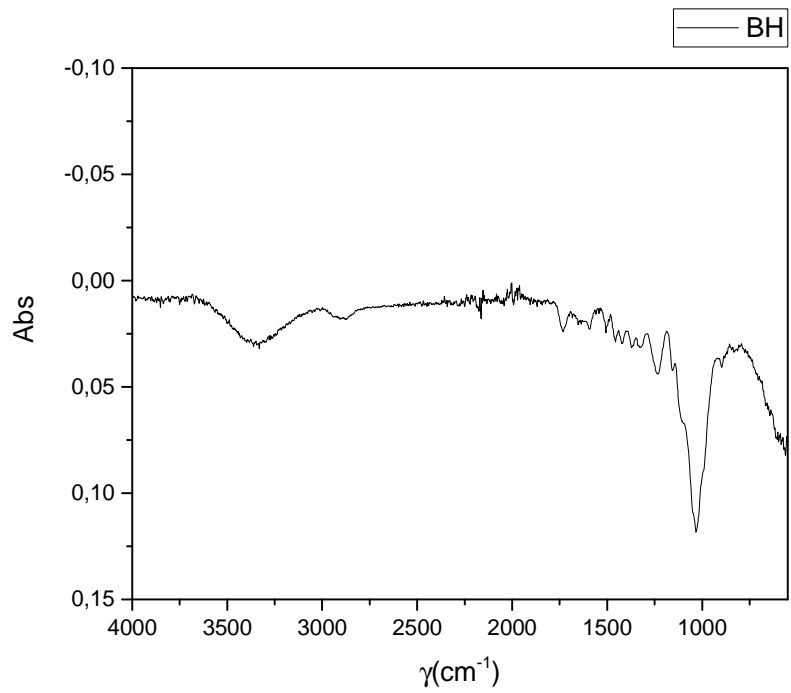
Annexes 8: Les résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) sont présentés ci-dessous :



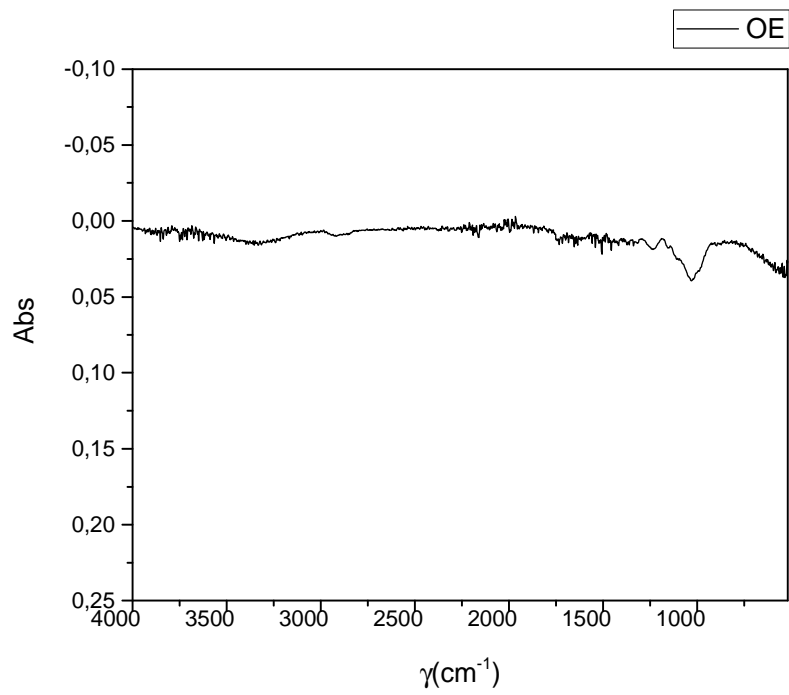
Le spectre IR de la fibre vierge du bois blanc



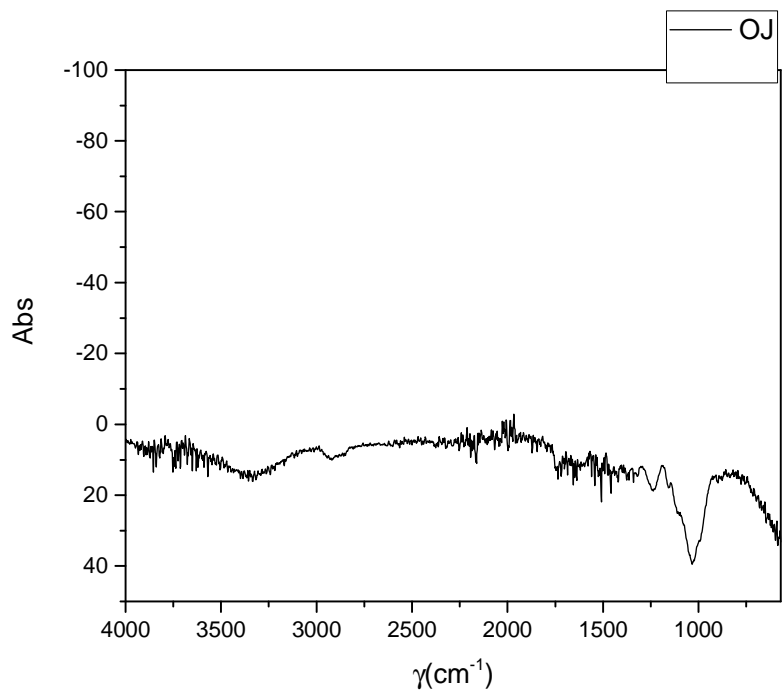
Le spectre IR de la fibre vierge du bois rouge



Le spectre IR de la fibre vierge du hêtre



Le spectre IR de la fibre vierge d'osier d'Espagne



Le spectre IR de la fibre vierge d'osier de Jijel

- [1] :Le bois raméal : « la clé de la fertilité durable du sol ». **Lemieux,G.&Germain,D.janvier 2001**
- [2] : **M.BOURAS.**« Etude comparative et optimisation de prétraitements des écorces de bois pour l'extraction des composés phénoliques » thèse de doctorat à l'université de technologie Compiègne **18 décembre 2015**
- [3] :**S.DJAOUADI.** " Contribution a l'étude de l'effet de la station sur les caractéristiques histo-morphologiques du peuplierblanc « Populus alba L. »dans la région de Tlemcen"mémoire de master. Université ABOU BEKER BELKAID de Tlemcen, **22-06-2017**
- [4] :**A.BADEAI.** GHEORGHE², C, MARCULESCU³, APOSTOL⁴, T. L'influence des Propriétés Physiques Du Bois Et Des Paramètres Du Processus Sur Les Produits De Pyrolyse. ISSN 2008, 1454-234xs.
- [5] : **M. JEBRANE** «Fonctionnalisation chimique du bois par transestification des Esters d'Enol.» thèse de doctorat à l'Ecole doctorale des sciences chimiques université de bordeaux **25 Septembre2009**
- [6] :**M.TLIJANI.** Contribution à la caractérisation thermo physique de matériaux bio-isolants : valorisation des déchets de bois de palmier. Université Paris-Est, **2016.** Français.
- [7] : **ADEME.Hugues de cherisey.** Etat de l'art sur la production de molécules chimiques issues du bois en France.**2015**Rapport. 149 pages.
- [8] :**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.
- [9] :**Booker.RE., Sell. J., (1998),** "The nanostructure of the cell wall of softwoods and its functions in a living tree", HolzalsRoh- und Werkstoff,. 56(1): p. 1-8.
- [10] :**Schweingruber F.H., 1978.** AnatomieeuropaischerHolzer. WSL / FNP, Verlag Paul
- [11] :**A.MEULLEMIESTRE(2014),**« Valorisation des déchets de la filière bois en deux étapes : Isolation des molécules extractibles puis Fabrication de charbon actif. Cas du pin maritime »,université de la ROCHELLE. p. 22,24
- [12] : **Le comte-schmit B. 2006.** Etude xylogique: les éléments de bois issus du fossé 3000 et des puits de la ferme. InS .Hurard, Y.Franzini (dir). Varennes-sur-seine « la ferme du

colombier » : ferme seigneuriale xvi^e- xvii^e siècles. Rapport Final d'Opération, Inarp,SRA Ile-de-France, saint-Denis, p. 157-176

[13]:Pingret D., Fabiano-Tixier A.-S., Bourvellec C.L., Renard C.M.G.C., Chemat F. (2012). Lab and pilot-scale ultrasound-assisted water extraction of polyphenols from apple pomace. *Journal of Food Engineering*, 111, 73-81.

[14]:B.R. Sharma, Naresh L., N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant., U.C. Merchant.,(2006), "An Overview on Pectins", Lucid Colloids Limited Jodhpur"-342005, Rajasthan, India

[15]:Bernard.M., (1980), "Les polymères végétaux - Polymères pariétaux et alimentaires non azotés ", Gauthier Villars (ed), Paris

[16]:H.BELAIDI,N.OUAFI (2017)., « valorisation des déchets de menuiserie en vue d'élaboration d'un matériau composite » mémoire de master à l'université Mouloud MAMMERI, Tizi-ouzou.

[17]: Y.AGOUAR.A.HIDEUR.K.MOKRI(2013)., « contribution à la caractérisation des polymères soumis à des décharges couronne » mémoire de fin d'étude à l'université Mouloud MAMMERI, Tizi-ouzou.

[18]:Y.AGOUAR.A.HIDEUR.K.MOKRI(2013)., « contribution à la caractérisation des polymères soumis à des décharges couronne » mémoire de fin d'étude à l'université Mouloud MAMMERI,Tizi-ouzou.

[19]:Franck.M., (2003), "Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage" thèse Phd, univiversité Laval

[20]:Benyoucef. S., Harrache .DJ., (2014),"Caractérisation de la microstructure de sciure de bois de pin sylvestre 'Pinussylvestris' ". 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.

[21] : chimie du bois.chapitre 3.page 84

¹:<https://www.banquemondiale.org/fr/topic/agriculture/overview?fbclid=IwAR1s6hlgI6Tyv841jFGniMvFLdvYqJb7bbmA9jiUc4lcilkUzIb4fOJFk8U#1>

- ² : <http://encrypted-tbn0.gstatic.com/images?q=tbn:And9GcSFQP4Le8undnexyLLiF7u-Ztow5GHJ4D7c94PmUruZvC8V7W8vW>
- ³ : <http://www.cndb.org/img/compo.JPG>
- ⁴ : https://fr.wikipedia.org/wiki/Humidité_du_bois#:~:text=La%20teneur%20en%20humidité%20du,aubier%20dépend%20de%20l'espèce.
- ⁵ : <https://www.jardindespepins.fr/epandez-les-cendres-au-jardin/>
- ⁶ : <https://www.littlecitizensforclimate.org/le-pin-sylvestre/>
- ⁷ : <https://www.arboretun8gabarielis.wordpress.com>
- ⁸ : <https://i.pinimg.com/originals/fd/08/c8/fd08c8e8dd4c3070106c86c1b325cd22.jpg>
- ⁹ : [https://fr.wikipedia.org/wiki/Osier_\(matériau\)](https://fr.wikipedia.org/wiki/Osier_(matériau))
- ¹⁰ : <https://noel@orleans.inra.fr>
- ¹¹ : <https://fr.wikipedia.org/wiki/Saule#:~:text=La%20plupart%20des%20saules%20se,aussi%20la%20respiration%20plus%20difficile.>
- ¹² : <https://www.biomasse-normandie.fr/encyclopedie/taux-de-cendres/>
- ¹³ : <https://fr.twiza.org/article/104/info-bois-n-2-caracteristiques-du-bois>

Résumé

L'objectif de ce travail est la valorisation de déchets de la menuiserie (bois blanc, bois rouge et bois hêtre) et des déchets des véneries (osier de Jijel et osier d'Espagne). Ces déchets sont susceptibles d'être employés comme des fertilisants organiques pour le sol.

Afin de déterminer les caractéristiques des déchets de la menuiserie et des véneries, divers analyses sont effectuée à savoir : la détermination de taux d'humidité, taux de cendres, taux de cellulose et taux de lignine. Le taux des composés phénoliques a été réalisé par des tests de coloration de dosage par spectrophotométrie de folin-ciocalteu, une caractérisation structurale par infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et anatomique des fibres par microscope électronique à balayage (MEB).

Les résultats nous ont permis d'élaborer un mélange fibreux, voir un paillage pour remplacer un fertilisant chimique et couteux. Ces composés fibreux pourront servir de désherbant, et même la formation d'humus dans le sol.

Mots clé : Déchets, bois blanc, bois rouge, bois hêtre, osier de Jijel, osier d'Espagne, cellulose, lignine, folin-ciocalteu, MEB, IRTF.

Abstract

The objective of this work is the recovery of carpentry waste (white wood, red wood and beech wood) and of waste from the veneries (Jijel wicker and Spanish wicker). These wastes can be used as organic fertilizers for the soil.

In order to determine the characteristics of the carpentry and venery waste, various analyses are carried out: determination of moisture content, ash content, cellulose content and lignin content. The rate of phenolic compounds was carried out by colouring tests using folin-ciocalteu spectrophotometric assays, structural characterisation using Fourier Transform Infrared (FTIR) and anatomical characterisation of the fibres using a scanning electron microscope (SEM).

The results allowed us to develop a fibrous mixture, or even a mulch to replace an expensive chemical fertilizer. These fibrous compounds can be used as a weed killer, and even the formation of humus in the soil.

Keywords: Waste, white wood, red wood, beech wood, Jijel wicker, Spanish wicker, cellulose, lignin, folin-ciocalteu, SEM, FTIR.