

N° d'ordre :

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

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE

FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE ENVIRONNEMENT

THEME

Caractérisation physicochimique de fibres ligneuses

Présenté par : **HAMADACHE Ferielle et DIAL Thiziri**

Soutenu publiquement, le **16 / 10 / 2019,** *devant le Jury composé de :*

Nom et Prénom	Grade	Affiliation	Qualité
M. KADOUCHE Slimane	MCA	UMMTO	PRESIDENT
M ^{me} . LOUNI Dalila	MAA	UMMTO	ENCADREUR
M. RAHMOUNE M ^{ed} Ameziane	MCB	UMMTO	CO-ENCADREUR
M ^{me} . HIKEM Djamila	MCA	UMMTO	EXAMINATRICE

Remerciements

Ce travail est l'occasion de témoigner notre profonde gratitude à Mme LOUNI Dalila maitre assistante (A) à la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques à l'UMMTO, sans qui ce travail n'aurait pas vu le jour, merci pour votre encadrement exceptionnel, votre patience, votre disponibilité, vos conseils précieux, ainsi que vos explications et remarques pertinentes. Vos encouragements et votre gentillesse méritent toute admiration, un immense merci car on a eu beaucoup de chance de vous avoir comme promotrice.

Nous ne manquerons pas l'occasion de remercier chaleureusement M. RAHMOUNE Mohand Ameziane pour son incontestable contribution à l'accomplissement de notre projet, son accueil et sa disponibilité extraordinaire nous ont permis de mener à bien ce mémoire

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.

Nous tenons à remercier l'effectif et le personnel du laboratoire de chimie de Tamda, faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques qui par leur compréhension et aide on a pu accomplir notre travail dans les meilleures conditions possibles.

Nous remercions également les enseignants qui nous ont formés durant tout notre cursus. Le personnel de la bibliothèque de chimie pour leur patience et leur compréhension ainsi que le personnel de l'administration du département de chimie.

A nos familles et amis qui nous ont toujours encouragé et soutenu au cours de la réalisation de ce mémoire.

Nous remercions enfin tous ceux qui d'une manière ou d'une autre ont contribué à la réussite de ce travail.

Dédicaces

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime et le respect que j'ai pour ma chère Maman et mon cher Papa, rien au monde ne vaut les efforts et les sacrifices consentis pour mon éducation et mon bien-être.

Je dédie ce modeste travail à,

Mes adorables sœurs Lisa, Liti et Zazi qui ont toujours su m'apporter joie et bonheur.

Mes grands-mères, que Dieu leur accorde une longue et joyeuse vie.

Mes oncles, mes tantes, mes cousins, et mes cousines.

Ma chère binôme Thiziri, pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet, aux nuits blanches et aux moments qu'ont a partagés, à Ferhat pour son aide précieuse.

Sans oublier mes cher(e)s ami(e)s qu'ils soient ici ou hors du pays, qui n'ont pas cessé de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études, je vous remercie pour votre amour et soutien inconditionnel.

Ferielle

Dédicaces

À,

Mes chers parents qui ont toujours été là pour moi, pour tous leurs sacrifices, leur amour et leur soutien tout au long de mes cursus universitaire.

Ma chère sœur Thafsouth, mon cher frère Juba, pour leurs encouragements permanents.

Ma grand-mère paternelle tu es toujours dans mon esprit et mon cœur, que Dieu le miséricordieux t'accueille dans son vaste paradis.

Ma grand-mère maternelle « 3zizu » que Dieu t'accorde longue vie et bonne santé.

Mes oncles, mes tantes, leurs conjoints et enfants respectifs.

Mon cher Ferhat, ton encouragement et ton soutien inconditionnel sont ma bouffée d'oxygène, merci d'être toujours à mes cotés par ta présence et ta tendresse. Je te prie de trouver dans ce travail l'expression de mon estime et de mon attachement sans faille.

Ma binôme Ferielle, sans qui rien de tout cela ne serait possible, merci de ta patience, ta tolérance et pour tout les bons moments qu'on a partagé ensemble.

Mes amis, Ferhat SAHNOUNI, Lyes YALLALI, Ahmed LAMRANI, Hakim AMMAR-KHODJA, Hocine OUDIAI, Melissa KADI, Chahinez HALLALEL qui m'ont toujours encouragée et soutenue.

Et à tout ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

Thiziri

°C : Degré Celsius.

abs : Absorbance.

ADL : Acide Détergent Lignine.

C : Taux de cellulose.

C : Concentration

F.C : Folin-Ciocalteu

H₂SO₄ : Acide sulfurique.

L : Direction axiale.

m : La masse.

MEB : Microscopie Electronique à Balayage.

Na₂CO₃ : Bicarbonate de sodium.

NaOH: Hydroxyde de sodium.

NF : La norme française.

ONAB : Office National des Aliments et du Bétail.

P: Poids.

R : Direction radiale.

S : Sous-couches.

SIPR : Spectromètre proche infrarouge.

T : Direction tangentielle.

T : Température.

TC : Teneur en cendres.

TH : Taux d'humidité.

UV : Ultra Violet.

Liste des abréviations

V : Volume.

W : Taux d'absorption d'eau.

β : Bêta.

λ : Longueur d'onde.



Liste des figures et tableaux

Liste des figures

Figure I-1 : Structure du bois (observations multi échelles) [8].	3
Figure I-2 : Les différentes parties du tronc [6].	4
Figure I-3 : Les trois directions principales du bois [6].	5
Figure I-4 : Plan ligneux typique des résineux (à gauche) et des feuillus (à droite) [2].	6
Figure I-5 : Représentation schématique d'une trachéide de bois de printemps et d'été (a) et observation microscopique d'un bois résineux (b) [6].	7
Figure I-6 : Représentation schématique des parois cellulaires d'une trachéide [2].	7
Figure I-7 : Motifs de la chaîne cellulosique [12].	9
Figure I-8 : Représentation des liaisons hydrogènes entre les molécules de cellulose [6].	10
Figure I-9 : Structure amorphe et cristalline de la cellulose [2].	10
Figure I-10 : Les principaux monosaccharides composant les hémicelluloses [2].	11
Figure I-11 : Principaux monomères de la lignine (Formules chimiques) [2].	12
Figure I-12 : Terpènes et terpénoïdes isolés du bois de résineux et de feuillus [2].	13
Figure I-13 : Composés phénoliques simples isolés du bois feuillus et de résineux [2].	13
Figure I-14 : Graisses et cires isolées de différents bois [2].	14
Figure II-1 : Arbre de Chêne Zeen [27].	17
Figure II-2 : Arbre de peuplier blanc [30]	18
Figure II-3 : Arbre de bois rouge [31]	18
Figure II-4 : Le hêtre ¹ .	19
Figure II-5 : Échantillons à analyser (Originale, 2019).	19
Figure II-6 : Procédure de tamisage utilisée ² .	20
Figure II-7 : Mesure de taux d'humidité.	21
Figure II-8 : Les étapes de préparation des filtrats (Originale, 2019).	24
Figure II-9 : Les étapes du dosage des polyphénols (Originale, 2019).	25
Figure II-10 : Technique du dosage de cellulose (Originale, 2019).	27
Figure II-11 : Les différentes étapes d'extraction de la lignine (Originale, 2019).	29
Figure II-12 : Spectromètre Proche Infrarouge (SPIR) « Spectromètre Nicolet iS10 FT-IR ».	30
.....	
Figure II-13 : MEB « PHILIPS XL 20 ».	31

Figure III-1 : Histogramme du taux d'humidité.	34
Figure III-2 : Histogramme du taux d'absorption d'eau.	35
Figure III-3 : Histogramme du taux de cendres.	36
Figure III-4 : Histogramme du taux de polyphénols (250 μm).	37
Figure III-5 : Histogramme du taux de polyphénols (125 μm).	38
Figure III-6 : Histogramme du taux de cellulose brute.	39
Figure III-7 : Histogramme du taux de lignine.	40
Figure III-8 : Spectre IR des différentes fibres de bois.	41
Figure III-9 : Microstructure MEB.	44
Figure III-10 : Coupe transversale sur un résineux ³	45
Figure III-11 : Coupe transversale sur un chêne ³	45

Liste des tableaux

Tableau I-1 : Répartition moyenne (% en masse) des différents composés dans le bois des feuillus et des résineux [26]. **15**

Tableau III-1 : les refus des échantillons à différentes mailles. **33**

Tableau III-2 : Résultats des absorbances des solutions filles de l'acide gallique. **37**

Tableau III-3: La différence entre les résineux et les feuillus par leur composition chimique³.
..... **40**

Tableau III-4 : Les bandes d'absorption enregistrées pour les différentes fibres étudiées par SPIR [33]. **42**

Remerciements

Dédicaces

Liste des abréviations

Liste de figures et tableaux

Sommaire

Introduction.....1

Chapitre I : Généralité sur le bois3

1 Structure du bois3

2 Composition chimique.....9

3 L'eau dans le bois.....15

Chapitre II : Méthodes et matériels.....17

1 Matériel végétal.....17

2 Préparation de l'échantillon19

3 Caractérisation physique des fibres de bois20

4 Caractérisation chimique des fibres de bois22

5 Caractérisation anatomique.....30

Chapitre III : Discussions de résultats.....33

1 Caractérisation physico chimique des fibres de bois.....33

2 Analyse de morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)43

Conclusion.....46

Références bibliographiques48

Annexes

Table des matières

Résumé



Introduction



La forêt couvre aujourd'hui environ 4000 millions d'hectares, soit 30% de la surface totale des terres émergées. La surface forestière par habitant est de 0.62 hectares en moyenne. La superficie forestière mondiale poursuit un lent déclin, bien que le reboisement des zones tempérées compense de plus en plus la déforestation des forêts tropicales. L'extraction annuelle du bois est d'environ 5 milliards de m³, ce qui fait du bois le produit naturel le plus exploité par l'homme [1].

Depuis plusieurs années, le matériau bois suscite un grand intérêt quel que soit son domaine d'utilisation : ameublement, construction, énergie. Le bois est un matériau ancien et naturel doté de nombreux atouts. Il constitue un bon isolant thermique et phonique, il peut être un élément esthétique de décoration, résistant mécaniquement, renouvelable et peu énergivore lors de sa mise en œuvre [2].

Le bois est un matériau composite naturel, composé de fibres de structure complexe. Ces fibres sont constituées de cellulose de structure cristalline et fibreuse, enrobées de deux types de polymères amorphes : la lignine et les hémicelluloses. Il contient également une petite quantité de 2 à 5% en masse de composés organiques de faibles masses moléculaires et de structures très variées. Ces composés, principalement des composés phénoliques, sont désignés en tant qu'extractibles du bois [3].

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 le déterminisme 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 [4]. En Afrique du Nord, il occupe 102 000 ha, dont 65 000 ha en Algérie [5]. 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, le bois de chêne zeen comme étant de qualité médiocre et lui accordent que 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 centenaire abattu en 2016 comparé aux déchets de menuiserie (bois blanc, bois rouge et bois de hêtre).

Notre travail a pour objectif la caractérisation des fibres du chêne zeen 2016 et les déchets de menuiserie (bois blanc, bois rouge et bois de hêtre). 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 et du taux de lignine des sciures 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 (SPIR) et anatomique des fibres par MEB.

Ce mémoire s'articule sur deux grandes parties essentielles :

La première théorique constituée du premier chapitre consacré à une étude bibliographique du bois et sa structure anatomique, suivie de ses compositions physico chimiques.

La seconde pratique subdivisée en deux chapitres:

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

Le troisième 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 I

Généralités
sur le **bois**

Le bois est un matériau composite, tant en terme structural qu'au niveau de sa composition chimique. Sa structure est cellulaire et poreuse. Il est sans doute l'écomatériau par excellence. Employé par l'homme depuis longtemps, son usage a influencé l'évolution des civilisations. Ses nombreuses qualités le rendent incontournable, intemporel et source d'innovations. Cette partie est consacrée à la description de sa structure et de sa composition chimique [6].

1 Structure du bois

La structure du bois, un matériau composite complexe, peut être décrite selon trois échelles : macroscopique qui concerne l'agencement du tronc, mésoscopique correspondant à l'organisation des cellules et l'échelle microscopique étudiant l'organisation des molécules [7].

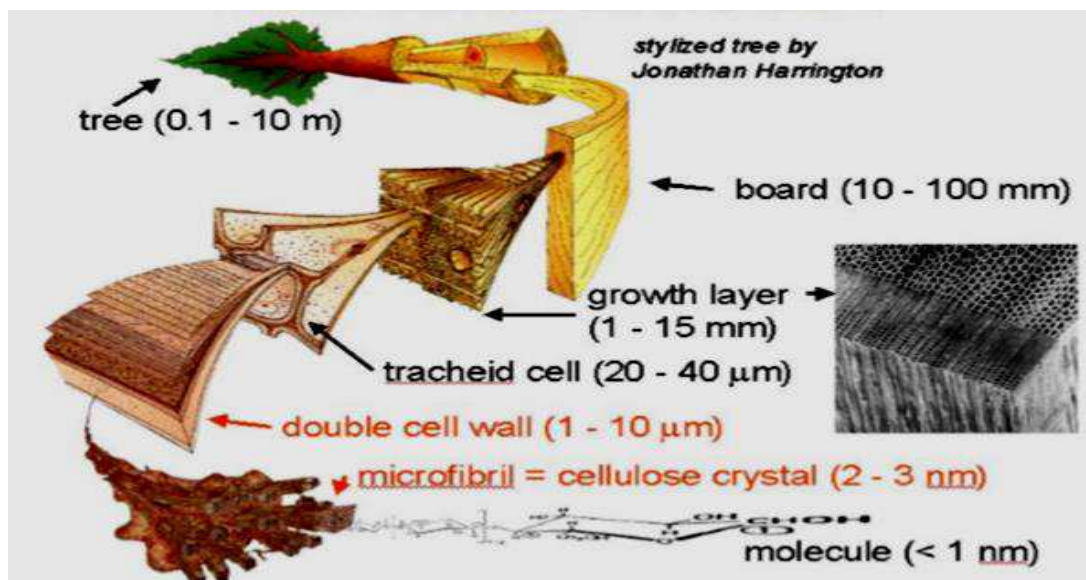


Figure I-1 : Structure du bois (observations multi échelles) [8].

1.1 L'échelle macroscopique

La **Figure I-2** présente la structure d'un tronc d'arbre. Ce dernier se décompose en 5 couches distinctes dont le suber (écorce externe) qui est la couche protectrice extérieure composée de cellules mortes. Le liber (écorce interne), essentiellement constitué de cellules mortes, permet la circulation de la sève des feuilles vers le cambium. Cette dernière couche génère des cellules vivantes vers l'aubier ainsi que du liber vers l'extérieur assurant alors la croissance de l'arbre. Les cellules vivantes de l'aubier sont vouées au transport de la sève des

racines aux feuilles. La partie la plus résistante du tronc est appelée duramen (également nommé bois de cœur ou bois parfait) et est composée des cellules mortes de l'aubier, qui est en général plus clair que le duramen. Il est plus ou moins imprégnable et ne résiste pas aux champignons lignivores et aux larves xylophages. Le duramen, au contraire, possède une durabilité naturelle qui varie selon les essences; il est en général, peu ou pas imprégnable [6].

Au centre du tronc se situe le cœur, aussi appelé moelle, constitué de cellules mortes, qui contenaient les substances nutritives essentielles à la croissance du jeune arbre, n'assurant plus leur fonction [7].

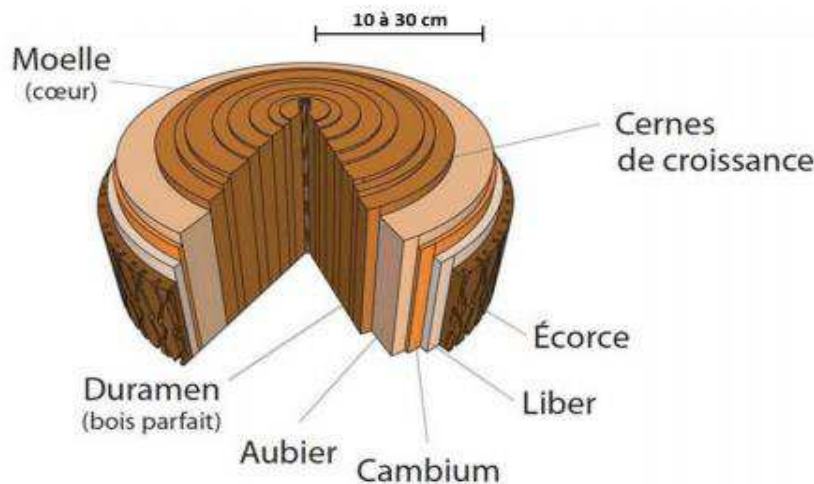


Figure I-2 : Les différentes parties du tronc [6].

1.1.1 Les plans de référence du bois

Le bois peut être examiné selon trois plans définis par rapport à l'axe de l'arbre (**Figure I-3**) :

- **le plan transversal**, est perpendiculaire à l'axe du tronc, sur lequel on peut observer les cernes annuels.
- **le plan radial**, parallèle au tronc et passant par le centre du tronc.
- **le plan tangentiel**, qui est aussi parallèle au tronc, mais tangent aux cernes annuels.

Les repères dans l'espace dans les directions axiale (L), radiale (R) et tangentielle (T) sont importants pour l'étude du bois, car ce dernier est un matériau anisotrope. Autrement dit, les propriétés physiques et mécaniques du bois diffèrent selon la direction étudiée [7].

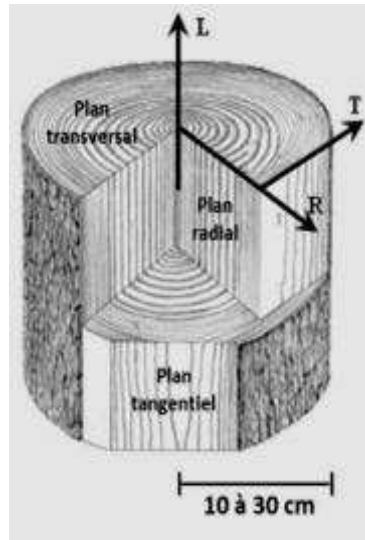


Figure I-3 : Les trois directions principales du bois [6].

1.1.2 Le plan ligneux des résineux et feuillus

Les arbres sont répartis en deux grandes catégories : les gymnospermes (résineux ou conifères) et les angiospermes (feuillus).

Les résineux ont une structure anatomique simple composée principalement de cellules longitudinales (**Figure I-4**) : les trachéides. Les trachéides du bois de printemps possèdent de nombreuses ponctuations aréolées leur permettant l'échange de différentes substances. Les trachéides du bois d'été ont une paroi plus épaisse et remplissent d'avantage une fonction de soutien. Dans la structure des résineux on retrouve aussi des cellules de parenchyme en orientation axiale et radiale qui permettent le stockage de substances nutritives. Enfin, chez certains résineux on trouve des canaux résinifères en direction axiale, radiale ou les deux [6].

Les feuillus présentent un plan ligneux plus différencié (**Figure I-4**). L'ensemble du tissu se compose en grande partie de fibres orientées axialement ayant une fonction de soutien. Ces fibres ont une paroi plus épaisse que celles des trachéides. L'épaisseur de la paroi est variable selon les essences leur donnant ainsi chacune une densité spécifique. Les vaisseaux assurent la fonction de conduction chez les feuillus. Lorsque ces vaisseaux ont environ la même taille et sont répartis de façon homogène dans le cerne, on parle de bois à pores diffus; s'ils sont plus nombreux au bord de la limite de cerne, on parle de bois à zone initiale poreuse. Ici aussi, les cellules axiales et radiales des parenchymes assurent la fonction de stockage des substances nutritives [6].

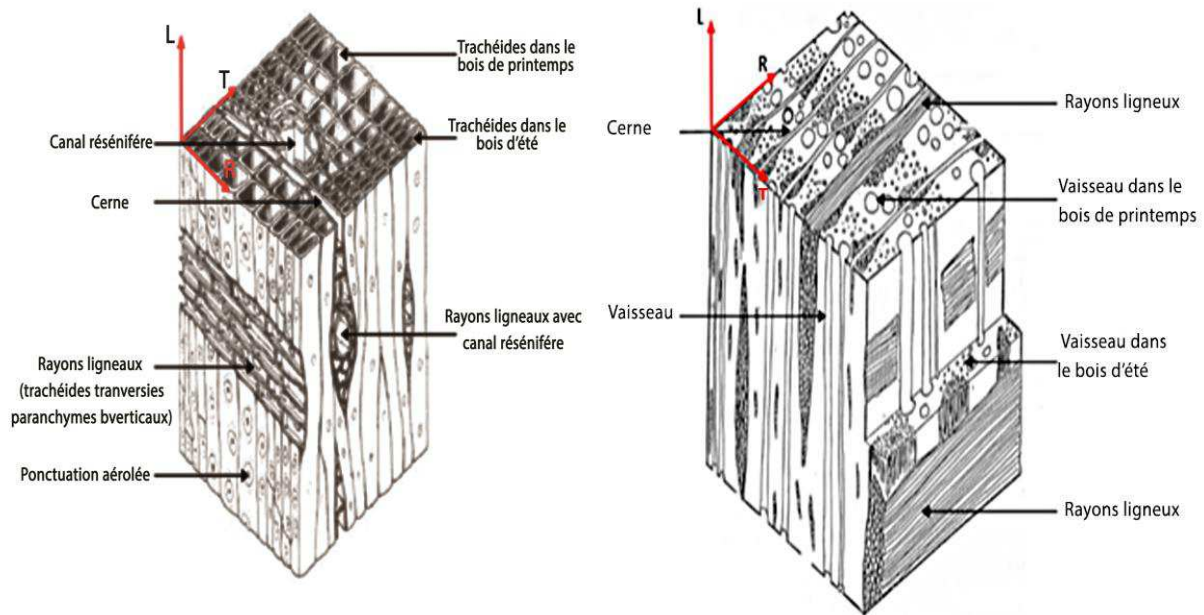


Figure I-4: Plan ligneux typique des résineux (à gauche) et des feuillus (à droite) [2].

1.2 L'échelle mésoscopique

Les mésostructures des bois de résineux, relativement simples comparées à celles des feuillus, regroupent généralement deux types de cellules : les trachéides longitudinales et les cellules de parenchyme. Les trachéides (**Figure I-5**), représentant environ 90% de l'ensemble des cellules du bois, sont orientées suivant la longueur du tronc (L). Elles ont un rôle de conduction de la sève mais également de soutien mécanique [9]. Les cellules de parenchyme, quant à elles, constituent des canaux résinifères horizontaux et verticaux. Ces derniers permettent une meilleure circulation de la sève et assurent la répartition et le stockage des substances nutritives.

La **Figure I-5** montre la différence d'épaisseur de paroi cellulaire entre le bois initial (ou bois de printemps) et le bois final (également appelé bois d'été). Les cellules du bois initial se caractérisent par une paroi plus fine que celle du bois d'été. En outre les ponctuations, orifices des trachéides assurant la conduction de la sève et les connections d'une cellule à l'autre, sont moins présentes sur les trachéides du bois final. Ces différentes morphologies permettent aux trachéides du bois de printemps de favoriser la conduction de la sève tandis que celle du bois d'été assurent plutôt un rôle de soutien [7].

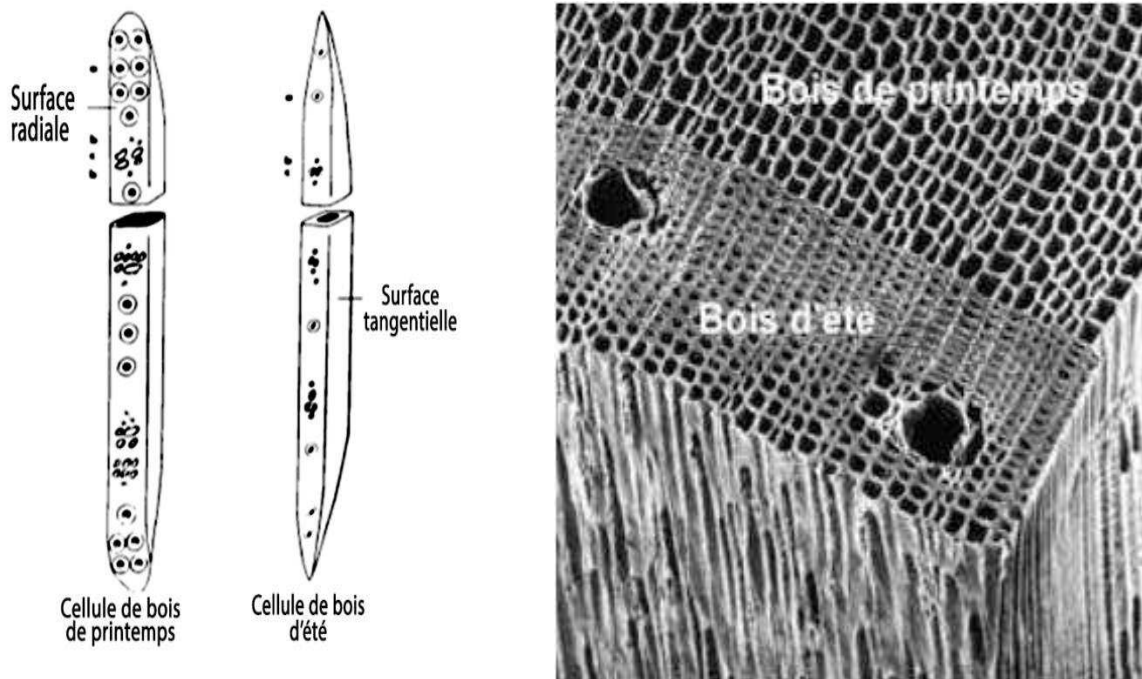


Figure I-5 : Représentation schématique d'une trachéide de bois de printemps et d'été (a) et observation microscopique d'un bois résineux (b) [6].

1.3 L'échelle moléculaire

Les trachéides sont reliées entre elles par une couche intercellulaire appelée lamelle mitoyenne. La paroi des trachéides est quant à elle composée de deux parois principales : primaire et secondaire. Cette dernière est elle-même constituée de trois sous-couches appelées S1, S2 et S3 (**Figure I-6**) [10-11].

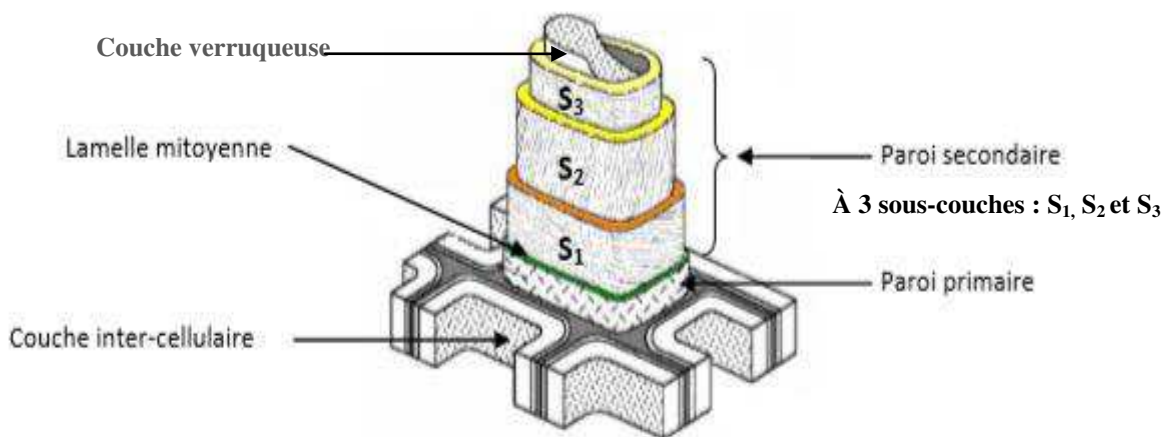


Figure I-6: Représentation schématique des parois cellulaires d'une trachéide [2].

Les différentes parties de la paroi cellulaire sont constituées de microfibrilles de cellulose enrobées dans une matrice de lignine et d'hémicellulose. Cependant, les trois sous-couches de la paroi secondaire se distinguent par leur épaisseur ainsi que par l'orientation des microfibrilles de cellulose les constituant [12-13].

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 [6].

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 [6].

1.3.3 La paroi secondaire

Cette paroi est essentiellement constituée de microfibrilles de cellulose alignées parallèlement entre elles et disposées 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 de 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 représente 15 à 85 % de l'épaisseur totale de la couche.

La couche S3 est relativement mince. Son épaisseur varie entre 0,5 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 [6].

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

2 Composition chimique

Les principaux composants chimiques du bois sont la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Il existe également d'autres composants nommés extractifs, sécrétés par le bois durant la formation du bois parfait. La répartition des principaux composants chimiques varie d'une espèce à l'autre [14].

2.1 Les principaux composants chimiques du bois

2.1.1 Cellulose

C'est un glucide, constitué d'unités de glucose, l'association des deux glucoses en β (1-4) forme un cellobiose, (monomère de la cellulose (**Figure I-7**)) dont sa nature polymérique est un homopolymère linéaire semi cristalline avec un degré de polymérisation (nombre d'unités) varie entre 5000-10000 pour le bois, sa structure cristalline a été déterminée par diffraction des rayons X et par des méthodes basées sur la polarisation du rayonnement infrarouge [11].

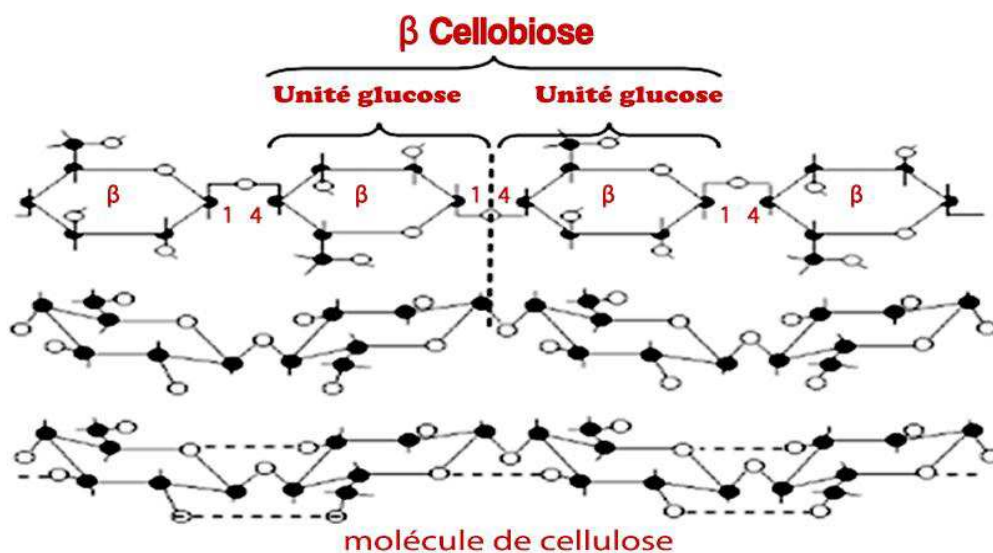


Figure I-7 : Motifs de la chaîne cellulosique [12].

De part sa cette linéarité, la cellulose possède une tendance forte à former des liaisons hydrogènes (O-H|||O) intra et intermoléculaires (**Figure I-8**).

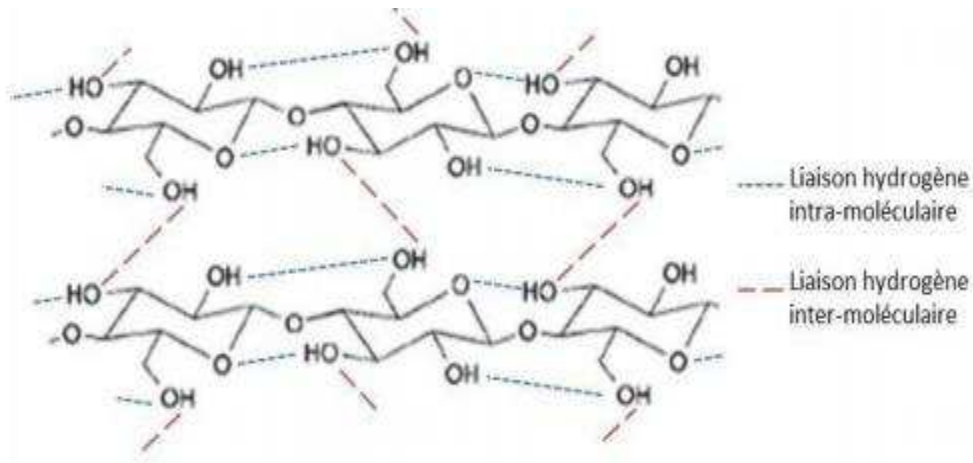


Figure I-8 : Représentation des liaisons hydrogènes entre les molécules de cellulose [6].

Ces liaisons hydrogène rendent possible la cristallisation de la cellulose. Les macromolécules de celluloses (19 à 36 chaînes) s'agrègent entre elles par le biais de ces liaisons afin de créer des fibrilles de celluloses [9, 15, 16]. Celles-ci sont constituées d'une alternance de régions très ordonnées (cristallines) et moins ordonnées (amorphes). La cristallinité de la cellulose, en d'autres termes la proportion de cellulose se trouvant dans l'état cristallin, est compris entre 60 et 80% dans le cas du bois [17, 18, 19].

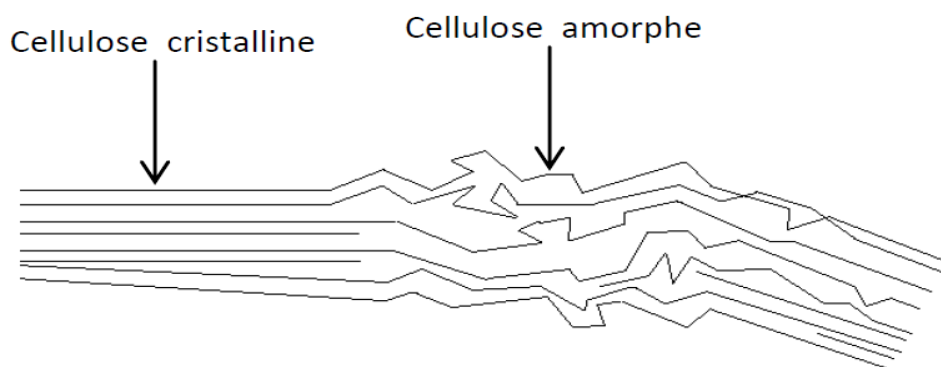


Figure I-9 : Structure amorphe et cristalline de la cellulose [2].

La cellulose se caractérise aussi par son caractère hydrophile. Cependant, seule la partie amorphe des fibrilles possède encore des groupements hydroxyles (-OH) accessibles susceptibles de former des liaisons hydrogène avec des molécules d'eau [7].

2.1.2 Hémicelluloses

Sont des hétéropolymères ramifiés, Elles sont principalement constituées d'une chaîne de glucose (bêta β 1-4) et de courtes chaînes latérales de sucre (polysaccharides) de glucose, xylose, mannose, arabinose (**Figure I-10**). Leurs degré de polymérisation varie de 150 à 200, plus faible que celui de la cellulose. La nature et la proportion des hémicelluloses varient sensiblement entre les espèces, elles possèdent des propriétés hydrophiles, paramètre qui aura un rôle déterminant dans le comportement du bois lors du traitement thermique (variabilité dimensionnelle).

Les unités monosaccharides constituant les hémicelluloses sont représentées en **Figure I-10** [20-21]. Ces dernières peuvent être classées en 4 groupes de sucres distincts : les pentoses, les hexoses, les acides hexuroniques et les deoxy-hexoses. Les trois premiers groupes représentent la majorité des hémicelluloses tandis que les deoxy-hexoses sont des constituants assez rares.

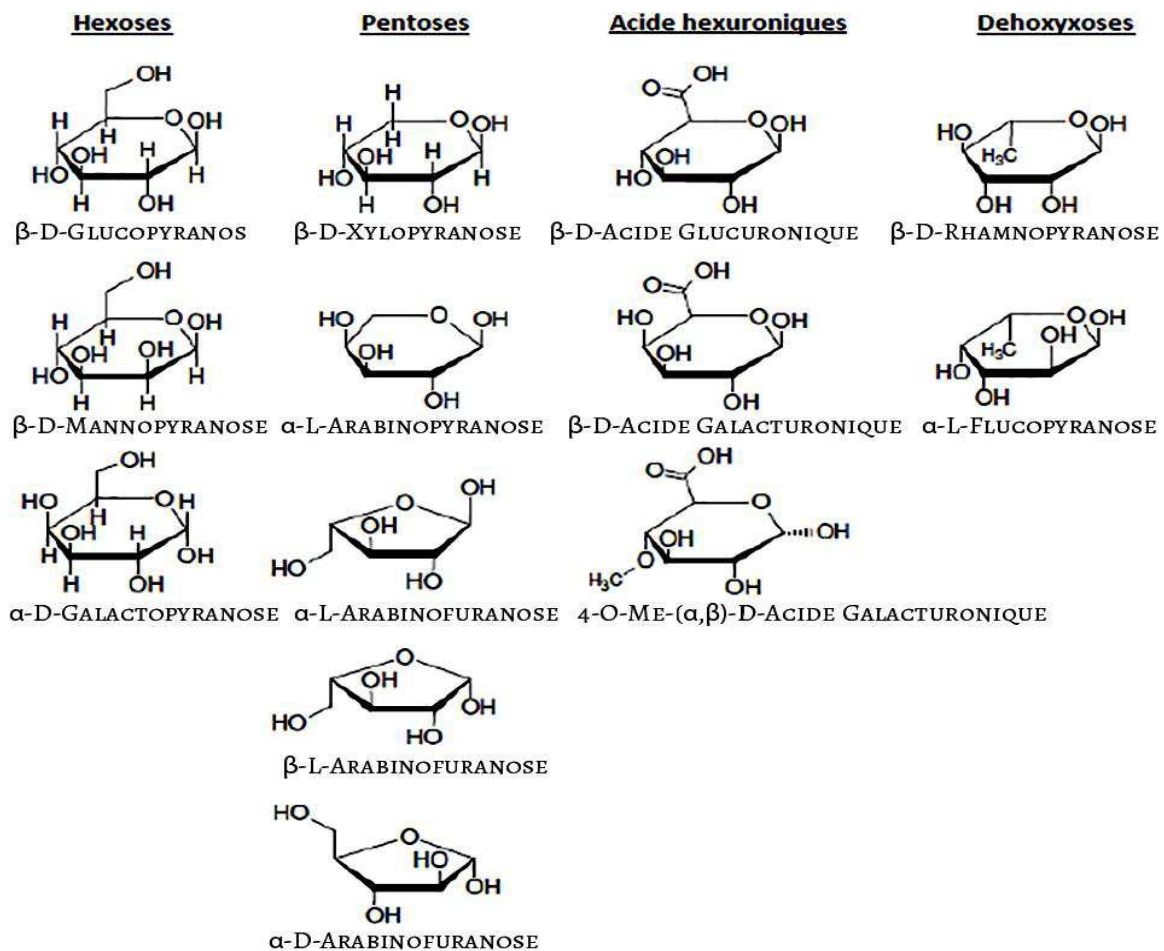


Figure I-10 : Les principaux monosaccharides composant les hémicelluloses [2].

2.1.3 Lignine

Est un polymère amorphe, non linéaire, tridimensionnel et complexe constitué d'unités phénol représentées dans la **Figure I-11**. La nature aromatique de l'unité phénolique rend la lignine hydrophobe (la lignification) et sa structure tridimensionnelle présente une grande rigidité [2].

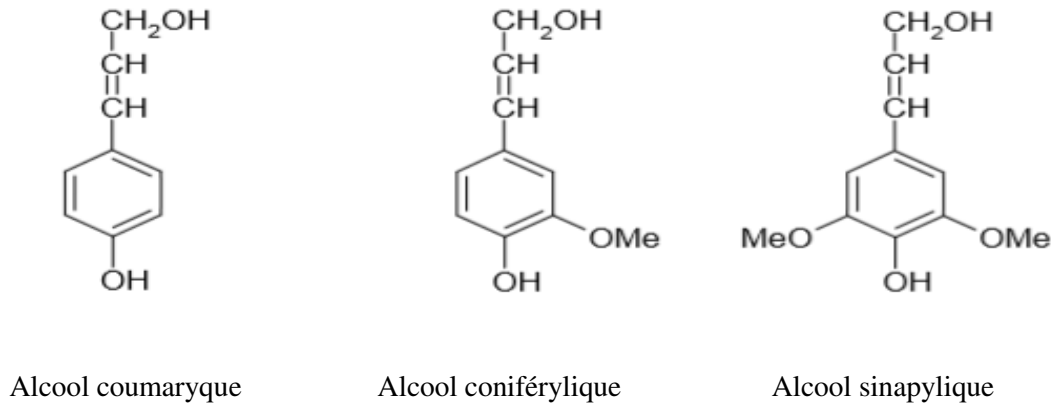


Figure I-11 : Principaux monomères de la lignine (Formules chimiques) [2].

Ces monomères diffèrent par le cycle qui peut être non méthylé (cycle H pour parahydroxy-benzoyl), méthylé (cycle G pour gaïacyl) ou deux fois méthylé (cycle S pour syringyle). L'acide coniférylique est très abondant (80%) chez les conifères (Gymnospermes) et l'acide sinapylique (50%) chez les angiospermes [2].

2.1.4 Extractibles

Ils représentent 0 à 10% de la matière sèche, les extractibles doivent leur nom à leur grande solubilité dans les solvants naturels. Leurs proportions et leurs compositions varient d'une espèce à une autre ainsi qu'entre les différentes parties d'un même arbre. On peut cependant les séparer en trois groupes : les composés aliphatiques, les terpènes et les composés phénoliques. Ces extractifs pigmentent le bois parfait, lui donnent un parfum et augmentent sa résistance à la pourriture. Ils sont en outre toxiques et limitent ainsi la prolifération d'insectes et de champignons [15, 22].

2.1.4.1 Terpènes (et terpénoïdes)

Une partie de ces extraits est également appelée gomme. Ce sont des composés constitués, en grande partie, d'hydrogène et de carbone. Ces extraits se différencient par le nombre de carbone constituant leur squelette (**Figure I-12**): monoterpène C10, sesquiterpènes C15, diterpènes C20, sesterpènes C25, triterpènes C30. Contrairement au résineux, où l'ensemble de ces terpènes sont présents, dans le cas des feuillus, on ne retrouve uniquement que les triterpènes [2].

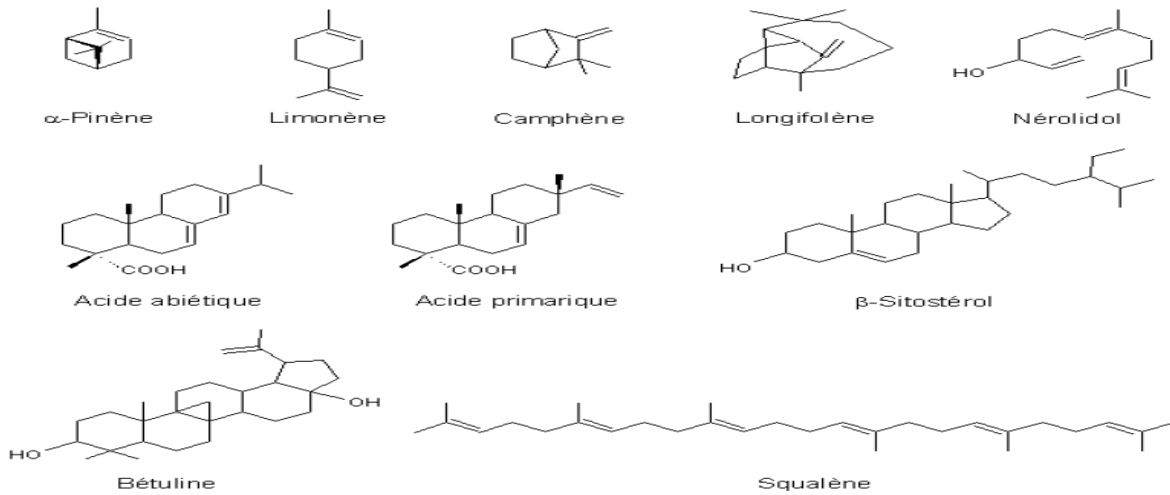


Figure I-12 : Terpènes et terpénoïdes isolés du bois de résineux et de feuillus [2].

2.1.4.2 Composés phénoliques

On retrouve dans cette famille les composés phénoliques simples, comme la vanilline (**Figure I-13**), les lignanes, les stilbènes, les tanins condensés ou hydrolysables et les flavonoïdes [2].

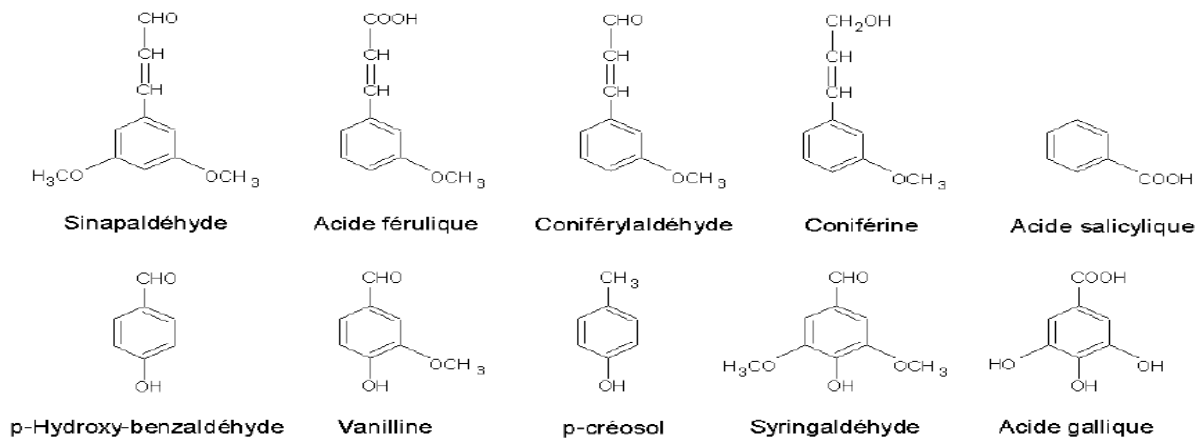


Figure I-13: Composés phénoliques simples isolés du bois feuillus et de résineux [2].

2.1.4.3 Cires et graisses

Cette dernière classe d'extraits regroupe les composés aliphatiques (**Figure I-14**). Tels que les acides gras saturés et insaturés (triglycérides et diglycérides), les alcanes et les alcools gras (par exemple, l'acide oléique et l'acide stéarique) [2].

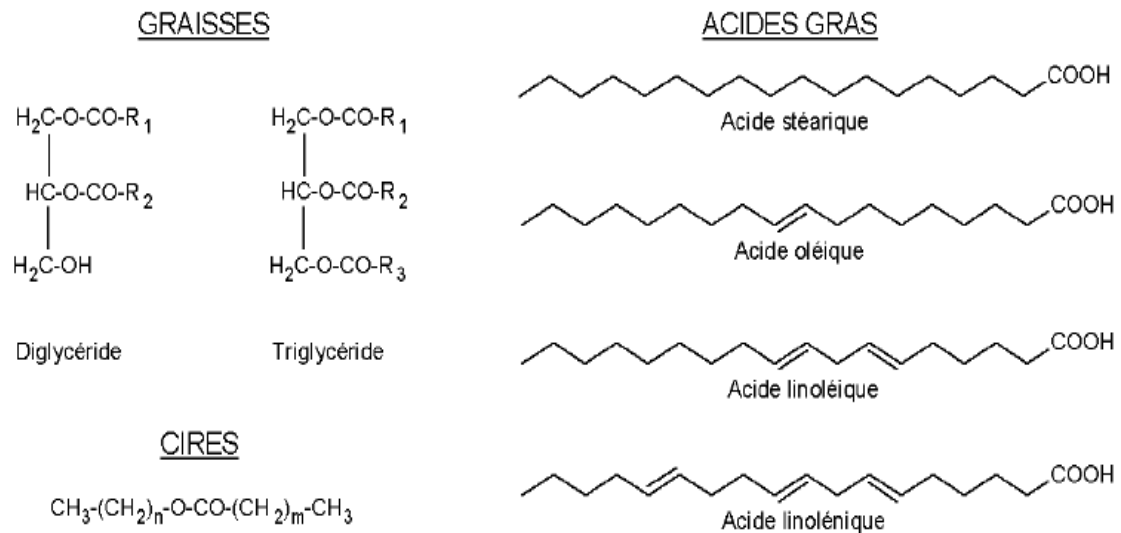


Figure I-14: Graisses et cires isolées de différents bois [2].

2.1.5 Cendres

Ce sont les résidus minéraux obtenus après combustion du bois à haute température. Ils représentent généralement moins de 1 % de la masse sèche du bois en zone tempérée, ce pourcentage étant souvent supérieur en zone tropicale [6].

2.2 Organisation microscopique et répartition des constituants du bois

L'agencement des constituants du bois peut être comparé à celui d'un composite de polymères naturels. La lignine assure le rôle de matrice enrobant les microfibrilles de cellulose assimilables à des renforts. Les hémicelluloses, quant à elles, sont à l'interface et assurent la liaison entre la lignine et la cellulose [23, 24, 25]. Les hémicelluloses et les microfibrilles de cellulose sont liées par des liaisons hydrogène, tandis que les hémicelluloses et la lignine le sont via des liaisons covalentes [6].

La répartition de ces trois bio-polymères ainsi que les teneurs en extractibles, suivant la nature de l'essence de bois, sont présentés dans le **Tableau I-1**.

Tableau I-1 : Répartition moyenne (% en masse) des différents composés dans le bois des feuillus et des résineux [26].

Le taux en %	Bois	
	Chêne zeen	Bois rouge
Holocellulose ¹	71,05 ± 0,02	67,80 ± 0,98
Cellulose ²	41,39 ± 0,40	37,32 ± 0,01
Hémicellulose ²	29,66 ± 0,02	30,48 ± 0,02
Lignine de Klason ³	19,37 ± 0,29	25,04 ± 0,27
Lignine soluble ⁴	0,23 ± 0,01	0,78 ± 0,10
Extractibles ⁵	6,30 ± 0,06	6,21 ± 0,01
Cendres ⁶	2,93 ± 0,01	0,20 ± 0,01

¹ Wise et al, 1946 ; ² Rowell, 1984 ; ³ TAPPI T222 om-02 ; ⁴ TAPPI UM 250 ; ⁵ TAPPI T204 cm-97 ; ⁶ TAPPI T211 om-93.

3 L'eau dans le bois

Les différents constituants du bois n'ont pas le même comportement vis à vis de l'humidité. L'eau se fixe en priorité sur les hémicelluloses, la cellulose étant moins hydrophile et la lignine étant de tous les composés du bois le plus hydrophobe [7].

Hormis l'eau de constitution qui ne disparaît que lors d'attaques chimiques ou thermiques des groupements hydroxyles, l'eau existe sous deux formes : l'eau libre et l'eau liée [7].

3.1 L'eau libre ou "capillaire"

Elle remplit les lumens de cellules du bois. Elle est retenue uniquement par des forces capillaires et n'intervient pas dans les phénomènes de retrait ou de gonflement [7].

3.2 L'eau liée ou adsorbée

Elle est présente dans les parois cellulaires où elle est fixée par des forces intermoléculaires agissant à l'interface fluide-solide par mécanisme de sorption. La sorption peut aller de l'adsorption physique (les molécules d'eau sont fixées à la surface du solide par un champ de force électronique) à l'adsorption chimique (liaison hydrogène entre atomes d'oxygène de l'eau et atome d'hydrogène des groupements hydroxyles des polysaccharides notamment des hémicelluloses) [7].



CHAPITRE II

Méthodes et matériels

Le but de notre travail est de caractériser les propriétés physico-chimiques des fibres de bois de chêne zeen (*Quercus canariensis*) et ceux des déchets de menuiserie (Bois blanc, bois rouge et le bois de hêtre).

1 Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans notre étude est le bois de chêne zeen ou chêne des canaries (*Quercus canariensis*) appartenant à la famille des feuillus, reçu en 2016 de la région d'Akfadou. Tandis que le bois blanc, bois rouge sont des déchets de menuiserie récupérés en 2016. cependant les copeaux de bois de hêtre sont plus récents 2019.

1.1 Chêne zeen

Le chêne zeen est un arbre qui pousse spontanément dans les régions tempérées à subtropicales de l'hémisphère Nord, avec une incursion en Indonésie, mais aussi dans 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 [27].

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 [28].



Figure II-1 : Arbre de Chêne Zeen [27].

1.2 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 [29]. 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, et en anglais White Poplar.



Figure II-2 : Arbre de peuplier blanc [30]

1.3 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 [31].



Figure II-3 : Arbre de bois rouge [31]

1.4 Bois de hêtre

Le hêtre commun, (*Fagus sylvatica*) couramment désigné comme le hêtre est une espèce d'arbres à feuilles caduques, indigène d'Europe, appartenant à la famille des Fagacées, tout comme le chêne et le châtaignier. Le houppier du hêtre est massif et branchu, avec des rameaux plagiotropes, c'est-à-dire poussant à l'horizontale. Son écorce est mince, lisse et gris clair. Ses feuilles mesurent 10 cm et sont alternes, pétiolées, ovales, à bords pubescents et ondulés, parfois un peu crénelées.

Son bois a une grande valeur économique. D'une couleur blanc rosé, lourd, dur et homogène, il est excellent pour les travaux de menuiserie et d'ébénisterie, ainsi que pour le chauffage¹.

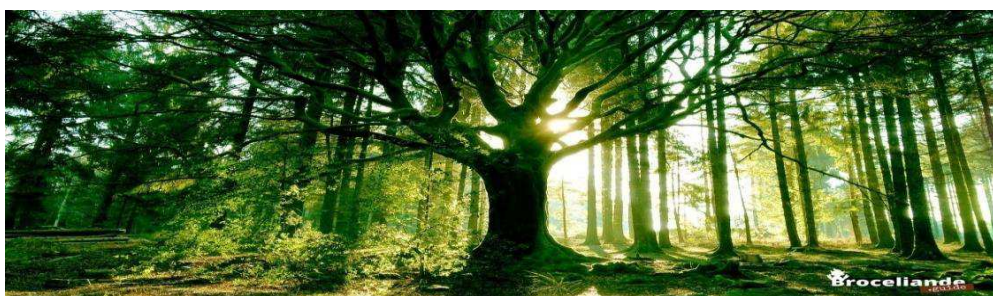


Figure II-4 : Le hêtre ¹.

2 Préparation de l'échantillon

Les différents types de bois ont subi un traitement préliminaire : broyage, tamisage et séparation en fonction des différentes granulométries. Une fraction a été principalement utilisée dans nos études : granulométrie de 125 μm et de 250 μm .

Les échantillons sont des poudres très finement broyées puis tamisées.



(a)

(b)

(c)

(d)

Bois du hêtre 2019

Bois de chêne zeen 2016

Bois rouge 2016

Bois blanc 2016

Figure II-5 : Échantillons à analyser (Originale, 2019).

3 Caractérisation physique des fibres de bois

3.1 Granulométrie des fibres de bois

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

➤ Mode opératoire

- Emboiter les tamis les uns sur les autres dans le sens croissant 45µm vers 4mm;
- Tamiser tous les échantillons les uns après les autres;
- Peser et noter le refus de chaque tamis;
- Peser le dernier tamis pour savoir la précision de l'essai.

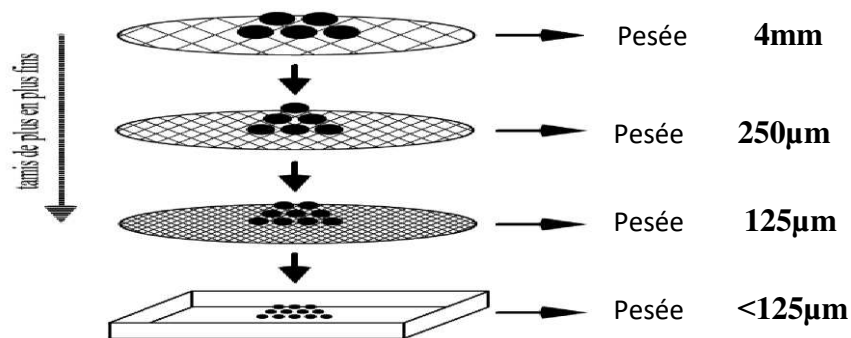


Figure II-6 : Procédure de tamisage utilisée².

3.2 Mesure 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 pendant 24 heures.

Elle est exprimée en pourcentage en masse et égale à :

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

m_0 : la tare du creuset (en g);

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

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

Les méthodes de détermination de l'humidité sont nombreuses et variées, basées toutes sur le séchage du végétal dans différentes conditions [7].

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 [6]. Pour réaliser cette expérience, nous avons suivi la méthode décrite ci-dessous.

➤ Mode opératoire

- Peser les creusets à vide et noter m_0 ;
- Prendre 2g de chaque échantillon de diamètre 250 et 125 μm ;
- Placer ces échantillons dans les creusets et les numéroter puis noter m_1 ;
- Mettre les creusets dans une étuve à 105°C durant 24 heures pour obtenir des échantillons à l'état anhydre;
- Sortir ces échantillons de l'étuve et les laisser refroidir dans un cristalliseur;
- Peser l'ensemble une seconde fois et noter m_2 ;
- Faire ensuite le calcul pour obtenir le taux d'humidité (TH).



Figure II-7: Mesure de taux d'humidité.

3.3 Détermination du taux d'absorption

Le taux d'absorption d'eau, correspond à la quantité maximale d'eau que peut retenir une farine, il est déterminé sur les échantillons non modifiés et modifiés par immersion dans l'eau distillée à $T=25^\circ\text{C}$ pendant 24 heures.

La teneur en eau absorbée w (%) est calculée à l'aide de la formule suivante:

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

m₁ : la masse initiale de l'échantillon;

m₂ : la masse finale de l'échantillon.

➤ **Mode opératoire**

- Sécher les échantillons à différentes granulométries dans une étuve pendant 24h à T=105°C ;
- Retirer les échantillons de l'étuve et laisser refroidir 10 min dans un dessiccateur;
- Peser 1g de chaque échantillon séché et l'immerger dans de l'eau distillée pendant 24 heures à température ambiante;
- Peser le verre fritté à vide ;
- Faire une filtration à l'aide d'une pompe à vide en utilisant le verre fritté comme outil de filtration ;
- Récupérer le filtrat et peser le verre fritté après filtration.

4 Caractérisation chimique des fibres de bois

4.1 Mesure du taux de cendres

Le taux de cendres correspond le plus souvent au taux de cendres non exogènes ou la teneur en matière minérale. Le pourcentage en cendres ou la teneur en matière minérale TC(%) est calculé selon cette équation :

$$\text{TC}(\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

m₀ : masse du creuset vide (g);

m₁ : masse de l'ensemble creuset-échantillon sec (g);

m₂ : masse de l'ensemble creuset-échantillon calciné (g).

➤ Mode opératoire

- Peser le plus précisément possible (à 0,0001 g près) le creuset à vide et noter la masse m_0 ;
- Placer environ 2 g de broyat (un broyat à 125 et 250 μm) dans le creuset et l'étaler en une couche uniforme;
- Peser le creuset + le broyat et noter la masse m_1 ;
- Placer les creusets dans le four à moufle à $T= 550^\circ\text{C}$ pendant 3h30min jusqu'à disparition des particules charbonneuses sans présence de points noirs (imbrûlés) ;
- Retirer les creusets du four pour les laisser refroidir pendant 10 min, puis les transférer dans un dessiccateur et laisser refroidir jusqu'à température ambiante;
- Peser et noter la masse m_2 , une fois les creusets refroidis.

4.2 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 à 80 % comme solvant.

Réactifs

- Réactif de Folin Ciocalteu dilué $\left\{ \begin{array}{l} 10 \text{ fois (2.5 mL de F. C + 25 mL d'eau distillée)} \\ 20 \text{ fois (2.5 mL de F. C + 50 mL d'eau distillée)} \end{array} \right.$;
- Méthanol à 80% (80% de méthanol+20% d'eau distillée) ;
- Solution de Na_2CO_3 à concentration 74 g/L ;
- Solution d'acide gallique (0.5 g dissous dans un litre d'eau distillée).

4.2.1 Préparation des solutions à base des différents bois

0,05 g 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.

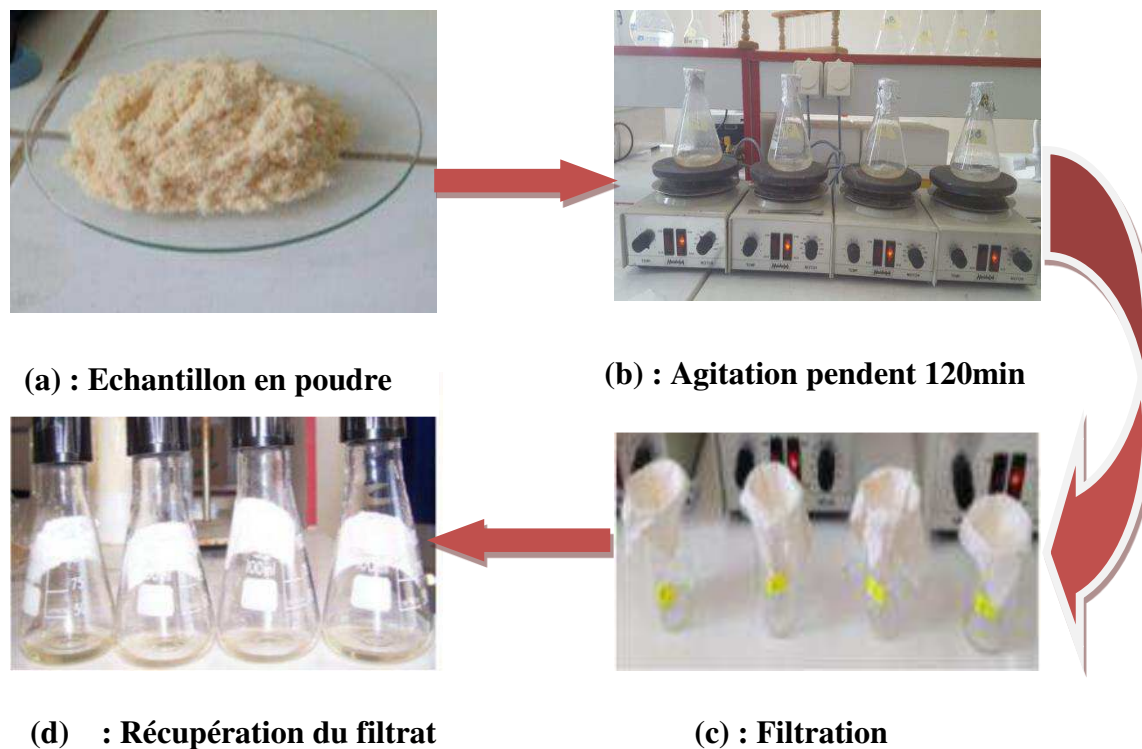


Figure II-8 : Les étapes de préparation des filtrats (Originale, 2019).

4.2.2 Dosage des polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols totaux est basé sur la quantification de la concentration totale des groupements hydroxyles présents dans l'extrait. Ce dosage est réalisé par la méthode utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. L'ensemble des composés phénoliques de la poudre de bois est oxydé par le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est un acide de couleur jaune constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration produite, dont l'absorption maximum à 760 nm, est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux [32].

Le dosage des polyphénols a été effectué au laboratoire de chimie à TAMDA à l'aide d'un spectrophotomètre à 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 trois essais ont été réalisés.

➤ **Mode opératoire**

- Mélanger 0,5 mL de la solution à doser ou du filtrat avec 2,5 mL de réactif de Folin-Ciocalteu dans un tube à essai;
- Ajouter 2 mL de Na_2CO_3 à concentration 74 g/L, Après 1 minute de contact du Folin-Ciocalteu avec le filtrat ;
- Mettre les tubes à essai dans le bain-marie à température $T = 50\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 5 minutes;
- Mesurer ensuite l'absorbance de chaque échantillon à une longueur d'onde de 760 nm.

L'indice de Folin-Ciocalteu est exprimé en degré ou en gramme d'acide gallique/L, on peut utiliser une gamme-étalon établie dans les mêmes conditions avec de l'acide gallique à 0,5 g/L.

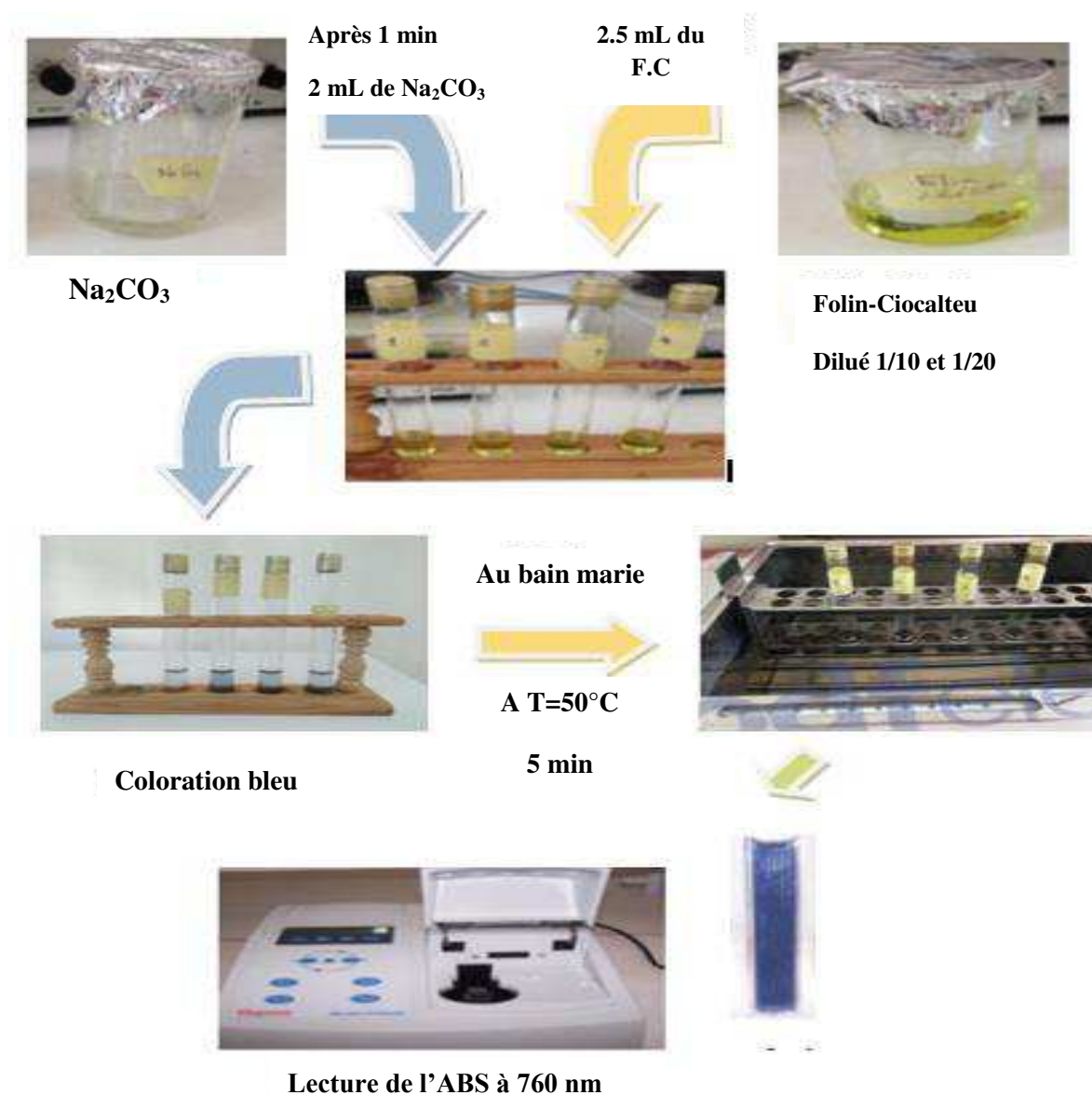


Figure II-9 : Les étapes du dosage des polyphénols (Originale, 2019).

Le pourcentage en polyphénols (équivalent en acide gallique) est calculé selon l'équation :

$$\text{Totaux de polyphénols (\%)} = \frac{C \times V}{1000 \times m} \times 100 \dots \dots (4)$$

C : concentration en équivalent acide gallique g/L;

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

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

4.2.3 Réalisation de la Courbe d'étalonnage

- Peser 0,5 g d'acide gallique, et le dissoudre dans un litre d'eau distillée ;
- Ensuite, 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 0,5 g/L ;
- Effectuer la lecture de chaque solution fille.

4.3 Dosage de la cellulose

La teneur en cellulose brute d'un aliment est le résidu insoluble après traitement par un acide puis par une base, elle est déterminée par la méthode de WEENDE.

Le dosage de cellulose a été réalisé au sein de l'ONAB.

➤ Mode opératoire

- Prendre 0,5 g (P_e) de l'échantillon dans l'erenmeyer à col rodé de 250 mL ;
- Ajouter 50 mL de H_2SO_4 ;
- 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 ;
- 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, sécher pendant 24 heures à 50°C puis pesez P_1 ;
- Mettre au four à 550°C pendant 3 heures et pesez P_2 .

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

$$C (\%) = \frac{P_2 - P_1}{P_e} \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

P_1 : Poids du culot après le séchage;

P_2 : Poids du culot sec;

P_e : Poids de l'échantillon.



a) Montage d'extraction de la cellulose



b) Centrifugeuse

Figure II-10 : Technique du dosage de cellulose (Originale, 2019).

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

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

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

Réactifs

1. Solution de détergent acide :
 - a. 20 g de bromure de cetyltriméthylammonium (C₁₉H₄₂BrN)
 - b. 1 L d'acide sulfurique 1 N (H₂SO₄)
 - c. Dissoudre le tensioactif dans l'acide tout en remuant pour favoriser la dissolution.
2. n-octanol (C₈H₁₈O),
3. Acétone
4. Solvant pour la cellulose : 440 mL d'eau distillée refroidie auxquels sont rajoutés du H₂SO₄ (98%, d=1.84) pour obtenir 1L de solution.

➤ Mode opératoire

- Peser dans un creuset 1 g d'échantillon broyé avec une précision de 1 mg ;
- Ajouter 100 mL de solution de détergent acide à température ambiante et quelques gouttes de n-octanol ;
- Chauffer à ébullition sous reflux pendant 60 minutes à partir du début de l'ébullition ;
- Filtrer et laver 3 fois avec de l'eau bouillante, puis 2 fois avec de l'acétone froid ;
- Ajouter environ 25 mL d'acide sulfurique à 72% à température ambiante (solvant pour la cellulose) et poursuivre l'extraction à froid pendant 3 heures, en mélangeant toutes les heures ;
- Filtrer et laver 3 fois avec de l'eau bouillante ou jusqu'à l'absence de réaction acide ;
- Sécher 8 heures à 105°C et laisser refroidir dans un dessiccateur ;
- Peser ;
- Calculer la lignine insoluble dans le détergent acide selon l'équation suivante :

$$ADL(\%) = \frac{(P_0 + P_2) - P_1}{P_1} 100 \dots \dots \dots (6)$$

P₀ : poids du creuset ;

P₁ : poids de l'échantillon x ;

P₂ : poids du résidu.

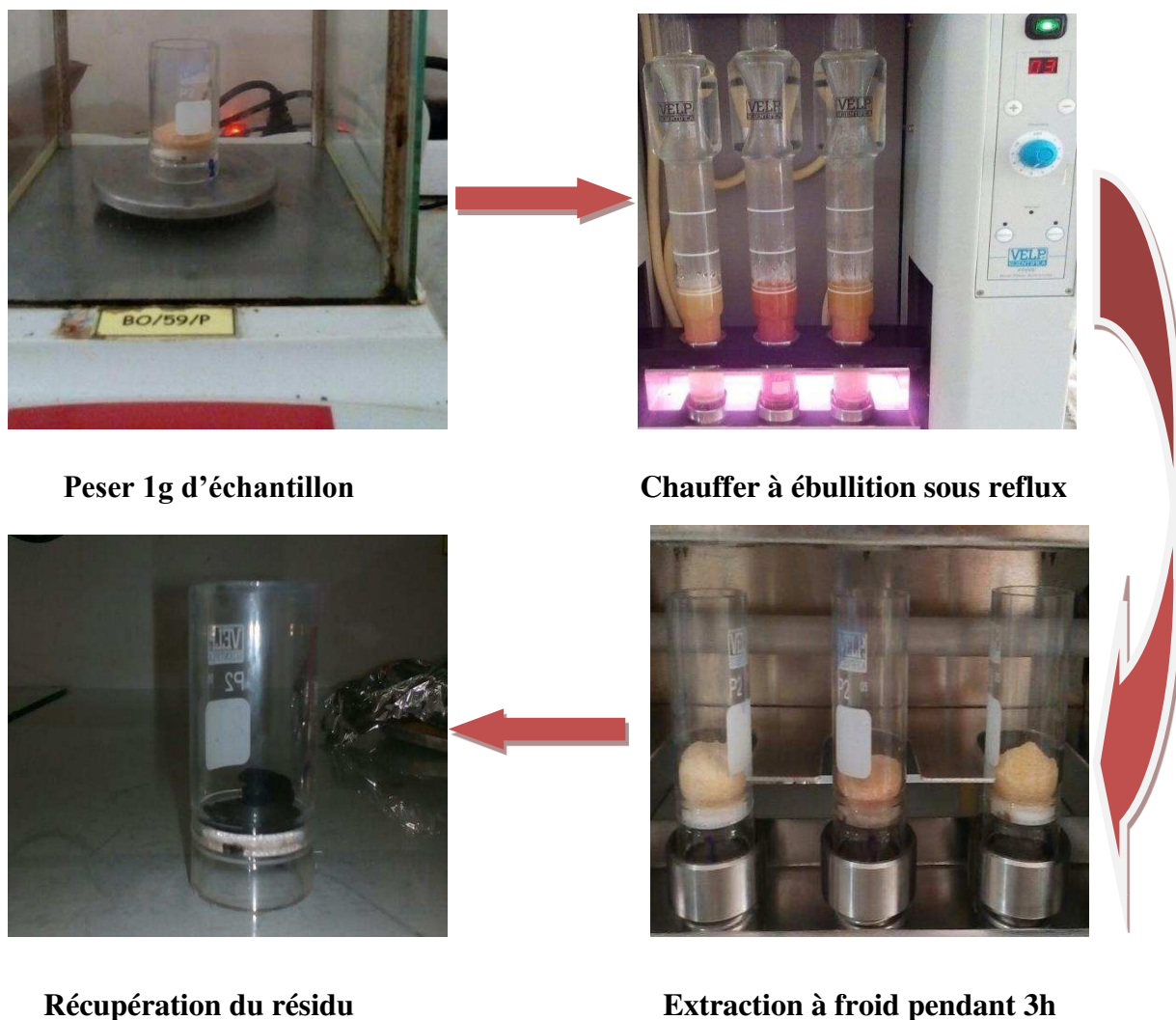


Figure II-11 : Les différentes étapes d'extraction de la lignine (Originale, 2019).

4.5 Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) mode ATR

La spectrométrie (ou spectroscopie) dans la proche infrarouge est une technique analytique d'analyse quantitative et qualitative relativement basée sur les propriétés physico-chimique d'adsorption de la matière organique et les transitions entre les états vibrationnels et rotationnels d'une molécule [33].

Elle a un grand nombre d'applications dans le domaine industriel (chimie, pharmacie, agro-industries) [33].

Dans le proche infrarouge, la mesure spectrale repose sur l'évaluation de la quantité de lumière qui a été absorbée par l'échantillon. Conventionnellement les limites du proche infrarouge se situent entre 800 et 2500 nm [33].

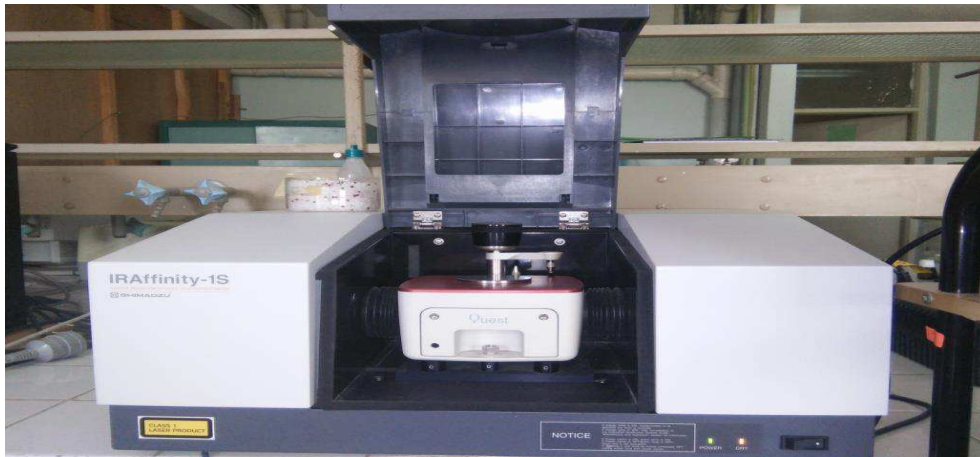


Figure II-12 : Spectromètre Proche Infrarouge (SPIR) « Spectromètre Nicolet iS10 FT-IR ».

(Originale, 2019)

➤ 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 où la poudre est tassée pour éviter les potentielles perturbations du faisceau liées à l'hétérogénéité de la poudre. Le vial est placé sur la fenêtre d'analyse du spectromètre et les spectres sont enregistrés, 64 scans sont réalisés en une trentaine de secondes avec une résolution de 8 cm^{-1} (nombre d'onde), puis un spectre moyen est donné par le spectromètre. Cependant, cette technique permet d'obtenir des résultats quantitatifs grâce à l'intensité des bandes d'absorption, mais aussi qualitatifs car on peut observer une absorbance particulière à une zone de longueurs d'onde spécifiques d'un matériau [33].

5 Caractérisation anatomique

5.1 Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B.)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'observation de la topographie des surfaces. Elle est fondée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un très fin pinceau d'électrons primaires qui balaye la surface observée pour obtenir des images avec un pouvoir séparateur.

Sous l'impact du faisceau d'électrons, il y a essentiellement :

- Rétrodiffusion d'électrons du faisceau incident avec plus ou moins de perte d'énergie;
- Emission d'électrons secondaires de faible énergie, provenant des couches externes des atomes de l'échantillon [34].

Le MEB permet d'obtenir sur un même échantillon des renseignements relatifs à la morphologie et à la répartition des constituants, mais aussi des informations cristallographiques et compositionnelles.

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 [34].

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



Figure II-13 : MEB « PHILIPS XL 20 ».

(Originale, 2019)

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 compatibilité avec le vide;

- La conductibilité électrique;
- La tenue au faisceau d'électrons [8].

➤ **Mode opératoire**

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

Les micrographies obtenues permettent d'observer la microstructure de la surface de l'échantillon[3].



CHAPITRE III

Discussion des résultats

1 Caractérisation physico chimique des fibres de bois

1.1 Caractérisation physique

1.1.1 Analyse granulométrique

L'essai consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis la poudre du bois de chêne zeen, bois blanc, bois rouge et le hêtre en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes (4 mm vers 45 μm). Les masses des différents refus et tamisât sont rapportées à la masse initiale de la farine. Le refus de chaque échantillon obtenu se résume dans le **tableau III-1**.

Tableau III-1 : les refus des échantillons à différentes mailles.

Mailles	Refus			
	Bois de chêne zeen 2016	Bois blanc 2016	Bois rouge 2016	Bois de hêtre 2019
4	13.72	0	0	0
2	2.03	0	0	0
1	28.65	0.01	0	0
500	52.42	0.18	0	14.67
250	37.83	73.86	61.1	41.26
125	36.53	76.85	129.48	80.42
63	19.73	3.31	8.67	35.39
45	6.76	0.09	0.63	19.05
Fond plein	2.33	0.7	0.12	9.01
Masse total	197.67	154.3	199.88	199.80
Masse initial	200	155	200	200

D'après le **tableau III-1** ci-dessus, l'examen granulométrique des échantillons donne des indications sur le degré de finesse des farines obtenues après broyage des échantillons à analyser. Nous avons choisi deux diamètres 250 μm et 125 μm .

1.1.2 Détermination du taux d'humidité

La **figure III-1** résume les résultats de l'étude comparative de la mesure du taux d'humidité des quatre fibres étudiées pour les deux diamètres 125 μm et 250 μm à l'aide de la méthode classique d'étuvage.

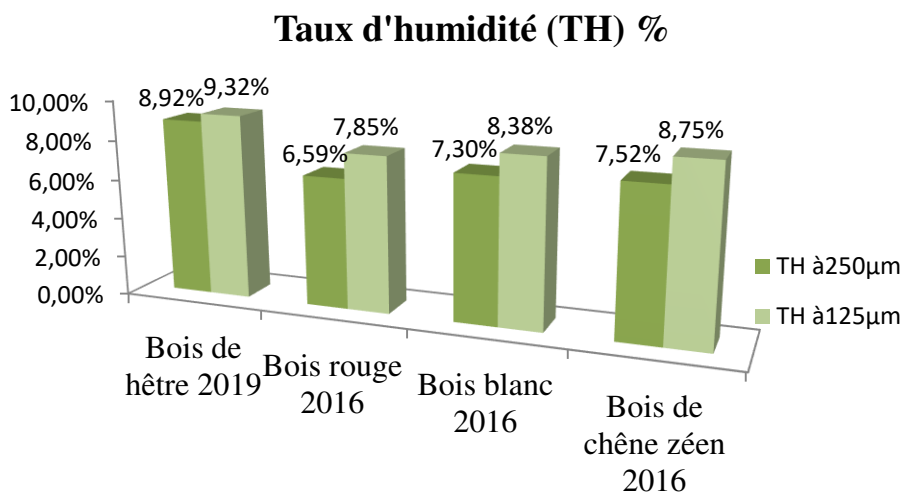


Figure III-1 : Histogramme du taux d'humidité.

La variation de la teneur en eau des farines dépend de plusieurs facteurs, telle que la nature du bois (sa composition structurale) et le caractère hydrophile de la farine des végétaux utilisés.

Le séchage des différentes farines du bois conduit à l'évaporation totale de l'eau de surface qui est une eau libre d'où la détermination du taux d'humidité du bois.

D'après la **Figure III-1**, nous observons une légère différence du taux d'humidité entre les deux diamètres, de sorte qu'elle est plus grande dans le diamètre 125 μm par rapport au diamètre 250 μm , d'où nous constatons que la diminution du diamètre influe sur le taux d'humidité. Nous attribuons ceci à la diffusion de l'eau dans les vides cellulaires et intercellulaires, qui sont plus nombreux dans les plus petits diamètres.

D'autre part, nous remarquons que le taux d'humidité est bien plus faible chez les résineux (Bois rouge) que chez les feuillus (Le bois de hêtre, bois blanc et le bois de chêne zéen). Le contact de l'air chaud avec les farines de bois provoque un séchage d'eau de

surface. Une autre remarque qui mérite d'être soulevée est le fait que le bois de hêtre a une structure morphologique différente ce qui le rend moins favorable à la rétention d'eau.

1.1.3 Détermination du taux d'absorption d'eau

La **Figure III-2** résume les résultats de l'étude comparative de la mesure du taux d'absorption d'eau des quatre fibres étudiées.

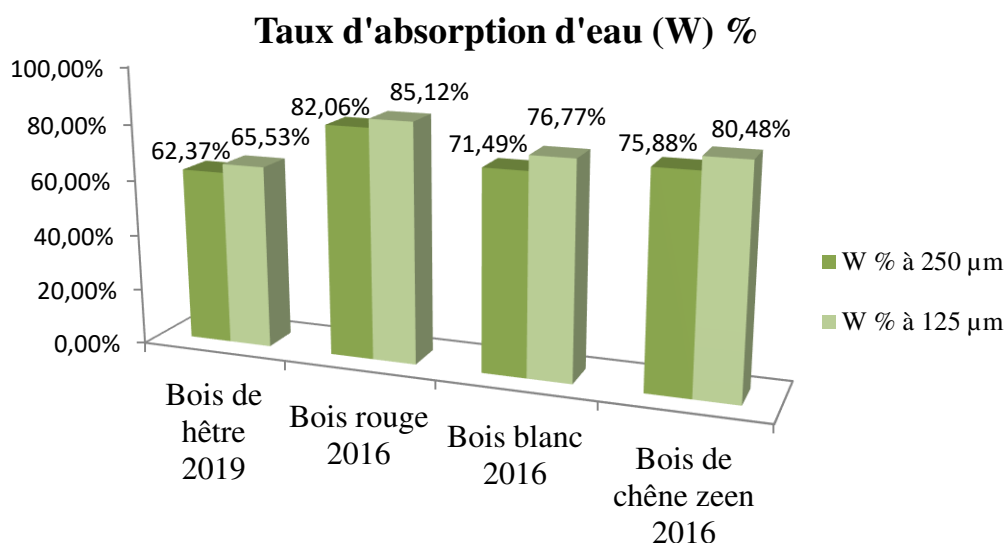


Figure III-2 : Histogramme du taux d'absorption d'eau.

D'après la **Figure III-2** nous observons une différence du taux d'absorption d'eau entre les deux diamètres, de sorte qu'elle est plus grande dans le diamètre 125 µm par rapport au diamètre 250 µm, d'où nous constatons que la variation du diamètre influe sur le taux d'absorption d'eau.

D'autre part, nous remarquons que le taux d'absorption d'eau est bien plus élevé chez les résineux (Bois rouge) que chez des feuillus (Le bois de hêtre, bois blanc et le bois de chêne zeen), cela est due au caractère hydrophile de la fibre (L'eau se fixe sur les hémicelluloses, la cellulose étant moins hydrophile. Cependant la lignine reste de tous les composés du bois le plus hydrophobe) [7]. Le bois doit d'ailleurs une grande partie de sa résistance mécanique à la présence de la lignine dans la paroi cellulaire. En outre, la nature aromatique de l'unité phénolique engendre l'hydrophobie de la lignine.

1.2 Caractérisation chimique

1.2.1 Détermination du taux de cendre

La **Figure III-3** montre les teneurs en cendres pour les différentes farines végétales pour les deux diamètres 125 μm et 250 μm .

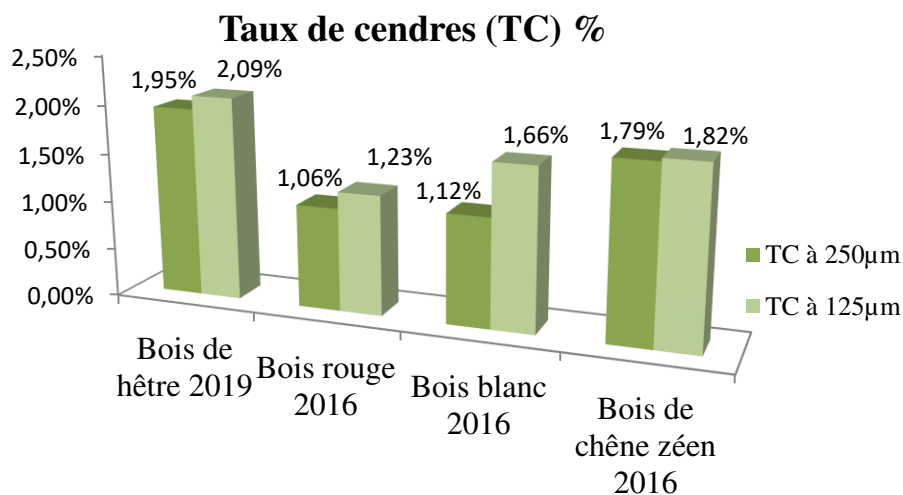


Figure III-3 : Histogramme du taux de cendres.

Le bois contient à l'état de trace des minéraux tels que des macroéléments (Calcium, Silicium, Potassium...) et des microéléments (Zinc, Bore, Cuivre) dont certains de ces derniers sont toxiques (Plomb, Arsenic, Nickel...) nommés aussi Éléments Traces Métalliques (ETM). Après l'incinération de nos échantillons, il ne reste que cette matière minérale appelée cendre[35].

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 dans nos quatre échantillons. Pour les deux diamètres, nous remarquons que la teneur en cendres la plus élevée est celle du bois de hêtre, contrairement aux bois de chêne zeen, bois blanc et bois rouge. Les cendres des feuillus sont en général plus riches en matières minérales que celles des résineux².

La différence observée peut être attribuée à plusieurs facteurs tels que l'âge, la nature du sol, l'exposition et l'essence. 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 [35], sachant que notre bois a été pris du duramen.

1.2.2 Détermination du taux de polyphénols

Le dosage des polyphénols totaux, nous donne une estimation globale de la teneur en différentes classes des composés phénoliques contenus dans les différentes farines de bois.

L'analyse quantitative des phénols totaux des extraits phénoliques a été réalisée par la méthode de Folin-Ciocalteu. La teneur en composés phénoliques de chaque extrait de poudre de bois a été alors calculée à partir de la courbe d'étalonnage et exprimée en milligrammes par 100 grammes de la matière sèche équivalent en acide gallique.

D'après les résultats obtenus dans le **tableau III-2**, nous remarquons que l'absorbance est en augmentation en fonction de la concentration d'acide gallique.

Tableau III-2 : Résultats des absorbances des solutions filles de l'acide gallique.

C (g/L)	0.06	0.12	0.20	0.28
Absorbance (nm)	0,001	0,003	0,006	0,009

Les résultats de calcul de taux de polyphénols obtenus sont représentés dans les **Figures III-4 et III-5** ci-dessous

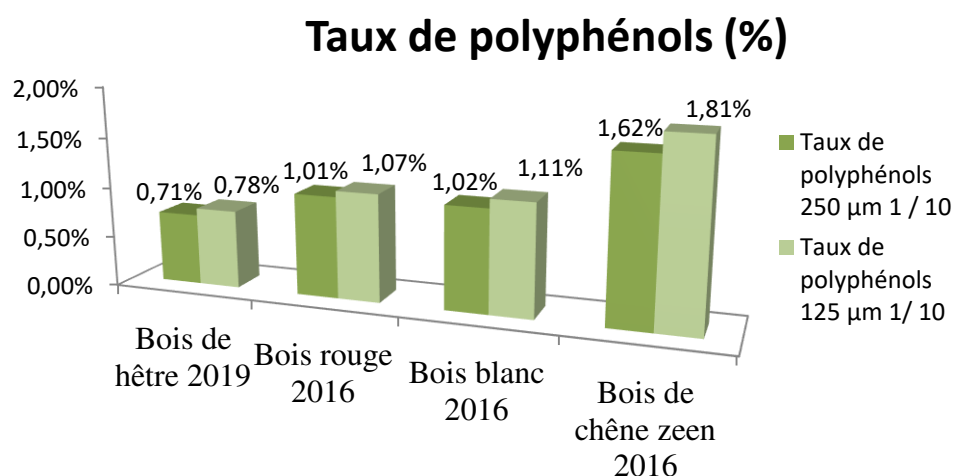


Figure III-4 : Histogramme du taux de polyphénols (Folin à 1/10).

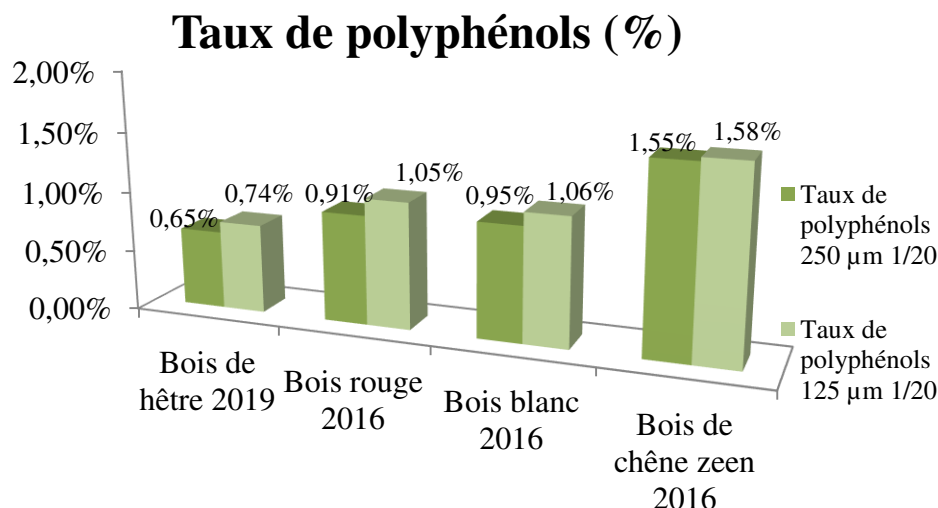


Figure III-5 : Histogramme du taux de polyphénols (Folin à 1/20).

D'après les **Figures III-4** et **III-5** nous remarquons que le taux de polyphénols est supérieur en solution 1/10 de Folin-Ciocalteu qu'en solution 1/20, cela est dû à la concentration. Comme nous pouvons constater que les particules de granulométrie à 125 µm ont un taux de polyphénols plus élevé aux granulométries à 250 µm dans les différents échantillons. L'augmentation de la teneur en polyphénols suite à la réduction de la taille des particules est due au fait que le transfert de matière est amélioré par l'augmentation de la surface de contact entre le solvant et le solide. De plus, l'utilisation de fines particules permet l'amélioration de la capacité de pénétration du liquide au sein du solide [33].

La teneur en composés phénoliques totaux du bois de chêne zeen est plus élevée que celles des autres farines, et très faible chez le bois de hêtre. Cette différence est due à plusieurs facteurs : l'espèce car le taux de polyphénols varie d'une espèce à une autre, l'âge où les arbres centenaires auront le taux de polyphénols le plus élevé, la période de récolte car le taux de polyphénols atteint son maximum lors de la période de maturité du végétal, les conditions climatiques à savoir la lumière, la précipitation, la topographie, la saison et le type de sol qui varie d'une région à une autre et pour finir le solvant d'extraction qui agit sur la quantité de polyphénols extraite[36], toutefois ce paramètre ne nous concerne pas, car nous avons utilisé le même solvant d'extraction.

1.2.3 Détermination du taux de cellulose

La **Figure III-6** résume les résultats du taux de cellulose de nos échantillons obtenus au sein de l'ONAB.

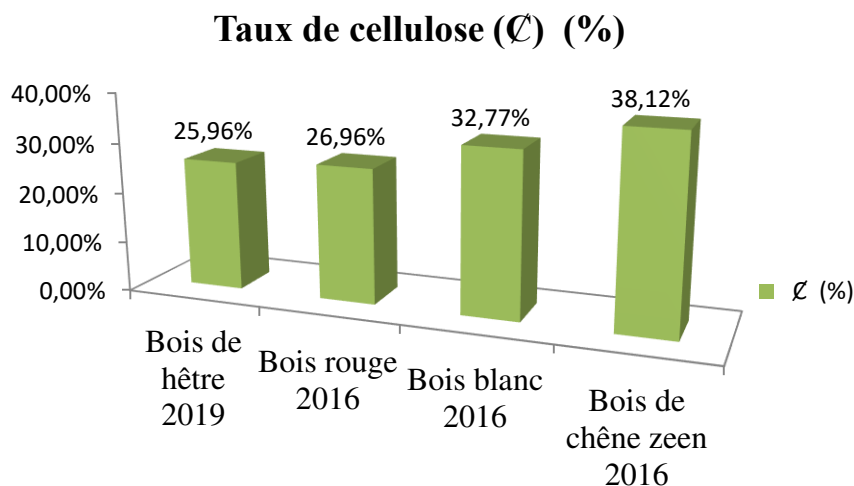


Figure III-6 : Histogramme du taux de cellulose brute.

Les résultats indiquent que les compositions cellulosiques obtenus dans ce travail sont en accord avec ceux obtenus pour la plupart des espèces de feuillus et de résineux [26].

La composition chimique élémentaire du bois varie suivant les espèces et la provenance géographique.

D'après l'histogramme, nous avons remarqué que les feuillus (Bois de chêne zeen 2016, bois blanc 2016) ont un taux de cellulose plus élevé que les résineux (Bois rouge 2016). Le taux de cellulose du bois de hêtre 2019 reste faible.

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 [37].

1.2.4 Détermination du taux de lignine

La **Figure III-7** résume les résultats du taux de lignine de nos échantillons obtenus au sein de laboratoire SABRINNEL.

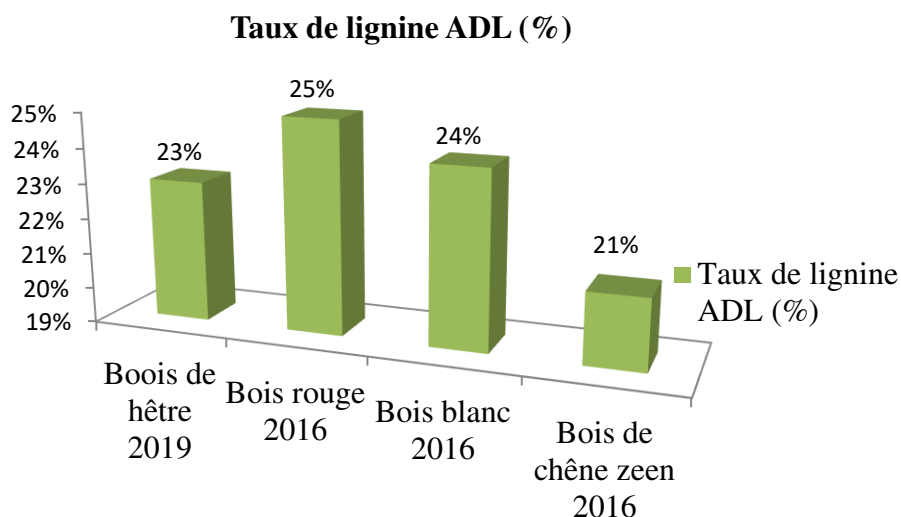


Figure III-7: Histogramme du taux de lignine.

La composition chimique du bois, varie selon l'essence comme l'indique le **Tableau III-3**, mais également selon d'autres paramètres, tels que la nature du sol, les conditions climatiques, l'âge de l'arbre et la période d'abattage [36].

Tableau III-3: La différence entre les résineux et les feuillus par leur composition chimique³.

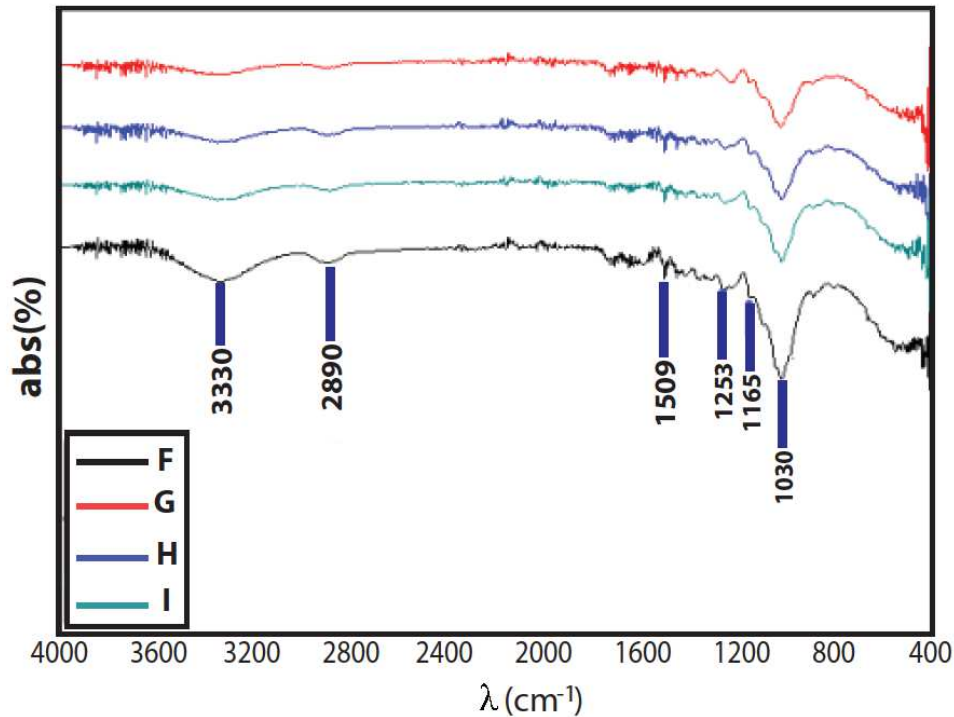
Composition chimique du bois	Résineux	Feuillus	Rôle
Lignine	28±3	20±4	Résistance en traction et protection contre parasite
Hémicellulose	27±2	28±2	Lien entre cellulose et lignine.

De l'histogramme, nous remarquons que le taux de lignine domine chez les résineux (Bois rouge 2016) avec un pourcentage de 25% que chez les feuillus (Bois de chêne zeen 2016, bois blanc 2016 et bois de hêtre 2019) avec une proportion de 21%, 24% et 23% respectivement.

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 .

1.2.5 Analyse des échantillons par spectrométrie proche infrarouge (SPIR)

Les résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) des différentes farines du bois sont représentés dans la **Figure III-8**.



F : Bois de chêne zeen

G : Bois blanc

H : Bois de hêtre

I : Bois rouge

Figure III-8: Spectre IR des différentes fibres de bois.

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 à un groupement chimique. Les différentes bandes caractéristiques des constituants de nos charges sont résumées dans le **tableau III-4**.

Tableau III-4 : Les bandes d'absorption enregistrées pour les différentes fibres étudiées par SPIR [33].

Nombre d'onde cm^{-1}				Type de Vibrations cm^{-1}	
Chêne zeen (F)	Bois blanc (G)	Bois rouge (H)	Hêtre (I)		
3350	3336	3330	3355	Vibration d'élongation des groupements hydroxyles O-H	Polysaccharides
2892	2894	2920	2920	Vibration d'élongation symétrique des liaisons C-H du groupe CH_2	Polysaccharides et graisses
1509	1509	1509	1509	vibrations de déformation au sein des cycles benzéniques	Lignines
1260	1260	1260	1235	Déformation des groupes acétyles	Lignines
1453	1453	1453	1453	vibrations de déformation des liaisons $-\text{CH}$	Pectines, lignines, hémicellulose et pectates de calcium
1162	1165	1165	1165	Vibration d'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C	Cellulose et hémicellulose
1030	1030	1030	1030	Vibration d'élongations C-O aliphatique	Cellulose

La large bande observée aux alentours de 3300 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 2920 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 1509 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 [33].

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 1253 cm^{-1} est attribuée à la déformation des groupes acétyles de la lignine. La bande à 1165 cm^{-1} provient de l'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C des hémicelluloses et principalement de la cellulose [33].

Le pic à 1030 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} [33].

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

2 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 chêne zeen, bois de hêtre, bois blanc et bois rouge.

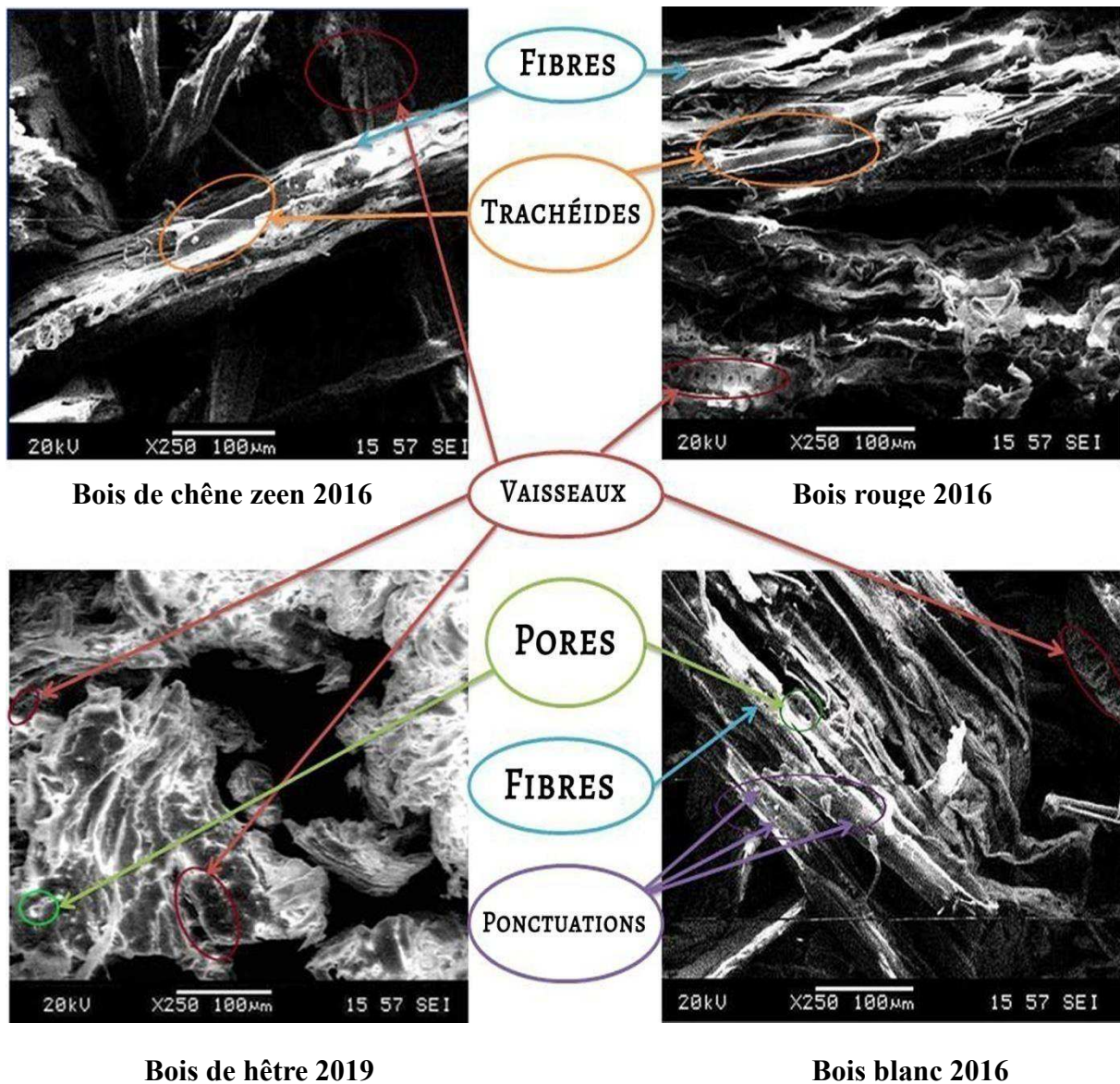


Figure III-9 : Microstructure MEB.

En vue macroscopique, les résineux (Bois rouge) 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 radiales³.

Par contre, les feuillus (Bois blanc, bois de chêne zeen et bois de hêtre) 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 sécréteurs³.

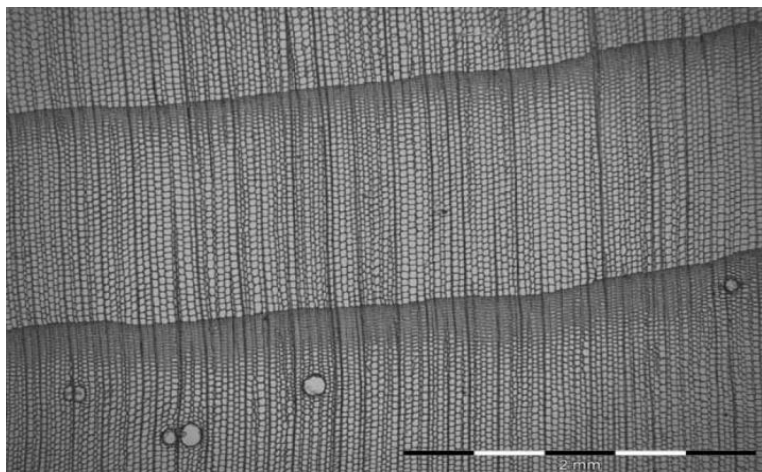


Figure III-10 : Coupe transversale sur un résineux ³.

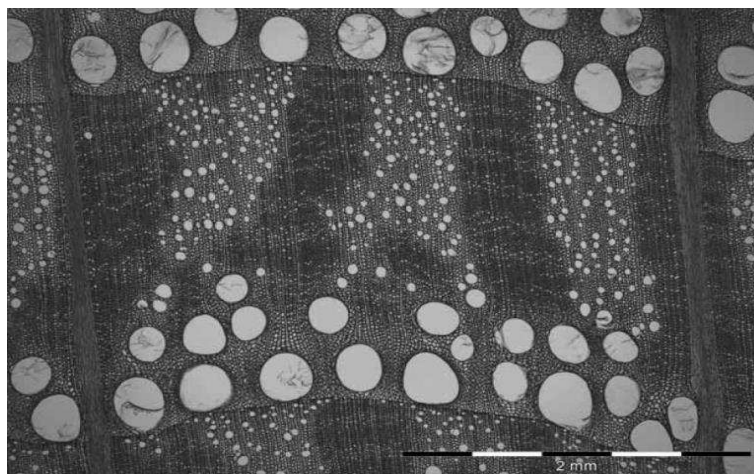


Figure III-11 : Coupe transversale sur un chêne ³.



Conclusion

Notre travail a pour objectif premier la caractérisation des fibres ligneuses du bois de Chêne Zeen et des déchets de menuiserie (Bois blanc, bois rouge et bois de hêtre), afin d'élaborer une fiche technique du bois de chêne zeen. Cette fiche comporterait les propriétés physiques, chimiques ainsi qu'anatomiques de ce bois. Au cours de ce projet de maîtrise, nous avons pu constater que les résultats de la caractérisation concordent avec ceux de la bibliographie.

L'étude des propriétés physiques nous a permis de déterminer le taux d'humidité ainsi que le taux d'absorption d'eau, cette étude comparative a montré que le bois de chêne zeen (feuillus) se classe au second rang pour ce qui est du taux d'humidité (8.85% à $d=125\ \mu\text{m}$ et 7.52% à $d=250\ \mu\text{m}$) mais aussi pour ce qui est du taux d'absorption d'eau (80.48% à $d=125\ \mu\text{m}$ et 75.88% à $d=250\ \mu\text{m}$) cette légère différence dans les résultats peut être attribuée au diamètre des fibres qui influe sur la diffusion de l'eau dans les parois cellulaires de la fibre mais aussi au caractère hydrophile de l'essence.

A l'issue de l'étude des propriétés chimiques il s'avère que :

Le taux de cendres varie selon l'essence et la granulométrie, on remarque que pour les deux granulométries confondues le chêne zeen occupe la seconde position après le bois de hêtre, suivi du bois blanc puis du bois rouge. Les particules de granulométrie de $125\ \mu\text{m}$ révèlent un taux de cendre supérieur à celui de granulométrie de $250\ \mu\text{m}$ dans les quatre échantillons, la différence observée peut être assimilée à plusieurs facteurs tels que l'âge, la nature du sol, et la nature du bois (Feuillus ou résineux).

La teneur en composés phénoliques totaux du chêne zeen est plus élevée que celles des autres farines, et très faible chez le hêtre. Cette différence est due à plusieurs facteurs comme: l'espèce, l'âge, la période de récolte, les conditions climatiques et le solvant d'extraction. De plus, l'utilisation de fines particules ($125\ \mu\text{m}$) permet un meilleur rendement.

Le taux de lignine domine chez les résineux (Bois rouge) avec un pourcentage de 25% que chez les feuillus (Bois de chêne zeen 2016, bois blanc 2016 et bois de hêtre) avec une proportion de 21%, 24% et 23% respectivement. Sachant que le bois doit une grande partie de

sa résistance mécanique à la présence de lignine dans la paroi cellulaire nous pouvons conclure que le bois de chêne zeen est un bois dur.

Peu d'études ont été menées sur l'extraction de la cellulose contenue dans nos matériaux, dans notre recherche nous remarquons que les feuillus (Chêne zeen 2016, bois blanc 2016) ont un taux de cellulose plus élevé que les résineux (Bois Rouge 2016) ce qui confirme que ce dernier est un bois tendre. Le taux de cellulose du bois de hêtre 2019 reste faible.

L'analyse structurale par spectre proche infrarouge (SPIR) montre que le chêne zeen présente les mêmes bandes de vibration que les autres échantillons étudiés. En effet l'analyse des spectres d'absorption infrarouge obtenus montre une similitude entre la composition structurale (cellulose, hémicellulose, lignine et pectines) de ces farines.

Pour ce qui est la caractérisation anatomique, elle nous illustre la présence des cellules ayant des ponctuations simples chez le bois blanc, chêne zeen et le bois de hêtre 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 ceen et des déchets de menuiserie (Bois blanc, bois rouge et le bois de hêtre), que notre essence nationale est un bois dur et surtout de faible anisotropie, sa durabilité reste satisfaisante. 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 hémicellulose, une RMN, DRX et ATG.



Références

bibliographiques

- [1] **FAO ; (2006)** : Evaluation des ressources forestières mondiales 2005, Rome, 310p.
- [2] **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.
- [3] **Benyoucef. S., Harrache .DJ., (2014)**, "Caractérisation de la microstructure de sciure de bois de pin sylvestre '*Pinus sylvestris*' ". Laboratoire de Matière Condensée et Développement Durable. Faculté des sciences exactes, Université Djilali Liabes, Sidi Bel Abbes. Algérie J. Mater. Environ. Sci. 6 (3). 765-772p.
- [4] **Quezel .P ., Bonin G., (1980)** , "les forêts feuillus du pourtour méditerranéen : constitution, écologie, situation actuelle et perspective". Revue forestière française, tome 3, pp. 253-268.
- [5] **Messaoudène .M ., Tessier. L., (1991)**, "Croissance radiale de *Quercus canariensis* Willd. et *Quercus afares* Pomel en Kabylie (Algérie). *Ecologia Mediterranea*, 17 : 119-133
- [6] **Mohamed.J.,(2009)**, "Fonctionnalisation chimique du bois par transesterification des esters d'enoI", thèse de doctorat, l'université Bordeaux 1.
- [7] **Martial.P., (2017)**, "Modification de l'énergie de surface du bois par fluoration", thèse de doctorat, Université Clermont Auvergne.
- [8] **Franck.M., (2003)**, "Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage" thèse Phd, univiversité Laval.
- [9] **Fengel. D., Wegener. G., (1984)**, "Wood chemistry, ultrastructure, reactions", Walter de Gruyter, Berlin and New York. 613.
- [10] **Norimoto. R., Gril. J., (1989)**, "Wood Bending Using Microwave Heating ", *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, 24(4): p. 203-212.
- [11] **Barnett. JR.,Bonham. VA.,(2004)**, "Cellulose microfibril angle in the cell wall of wood fibers". *Biological Reviews*79 (2): p. 461-472.
- [12] **Booker.RE., Sell. J., (1998)**, "The nanostructure of the cell wall of softwoods and its functions in a living tree", *Holz als Roh- und Werkstoff.*, 56(1): p. 1-8.
- [13] **Singh. AP.,Sell. J., Schmitt. J., Zimmermann. T.,Dawson. B., (1998)**, "Radial Striation of the S2 Layer in Mild Compression Wood Tracheids of *Pinus radiata*",

Holzforschung - International Journal of the Biology, Chemistry, Physics and Technology of Wood, 52(6): p. 563-566.

[14] **Panshin. A.J., De Zeeuw. C.,** (1970),"Textbook of wood technology: Structure, identification, uses and properties of the commercial woods of the United States and Canada ", Vol. 1. New York: Mc Graw-Hill Book Company.

[15] **Sjöström. E.,** (1993) "Wood Chemistry: Fundamentals and Applications", Second Edition ed., Gulf Professional Publishing. 293.

[16] **Klemm. D., Heublein. B., Fink. H-P., Bohn. A.,** (2005), "Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material", Angewandte Chemie International Edition, 44(22): p. 3358-3393.

[17] **Kollman.FFP., Côté. WA .,** (1968), "Principles of Wood Science and Technology : Solide wood", Springer Berlin Heidelberg ed. 592.

[18] **Monrroy. M., Ortega. I., Ramírez. M., Baeza. J., Freer.,J.,** (2011), "Structural change in wood by brown rot fungi and effect on enzymatic hydrolysis", Enzyme and Microbial Technology, 49(5): p. 472-477.

[19] **Sannigrahi. P., Miller. SJ., Ragauskas. AJ.,** (2010), "Effects of organosolv pretreatment and enzymatic hydrolysis on cellulose structure and crystallinity in Loblolly pine". Carbohydrate Research, 345(7): p. 965-970.

[20] **Timell. TE.,** (1967), "Recent progress in the chemistry of wood hemicelluloses", Wood Science and Technology, 1(1): p. 45-70.

[21] **Xue. B-L., Wen. J-L., Xu. F., Sun. R-C.,** (2012), "Structural characterization of hemicelluloses fractionated by graded ethanol precipitation from *Pinus yunnanensis*", Carbohydrate Research, 352: p. 159-165.

[22] **Navi. P and., Heger. F.,** (2005), "Comportement thermo-hydrromécanique du bois: applications technologiques et dans les structures", Presses Polytechniques et Universitaires Romandes.

[23] **Jin. K, Qin. Z.,Buehler. MJ.,** (2015), "Molecular deformation mechanisms of the wood cell wall material", Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 42: p. 198-206.

- [24] **Salmén. L.**, (2004), "Micromechanical understanding of the cell-wall structure", *Comptes Rendus Biologies*, 327(9–10): p. 873-880.
- [25] **Salmén. L.**, (2015), "Wood morphology and properties from molecular perspectives", *Annals of Forest Science*, 72(6): p. 679-684.
- [26] **Imane.H.**, (2015), "Etude des propriétés des membranes cellulosiques issues de différentes espèces de bois algériens", thèse de doctorat, université de Boumerdes : p.171.
- [27] **A. Le Duigou.**, (2011), " 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*, 09.
- [28] **Bledzki .A.K ., Gassan. J.**, (1999), "Composites reinforced with cellulose based fibers", *Prog.Polym.Sci.* 24 221–274.
- [29] **Aldjia, B. Safia.N.**, (2015), "Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de PVC et farine de bois de chêne zeen", Mémoire de magistère. Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou. Tizi-Ouzou. p8-11-20-21-22.
- [30] **Bernard.M.**, (1980), "Les polymères végétaux - Polymères pariétaux et alimentaires non azotés ", Gauthier Villars (ed), Paris.
- [31] **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.
- [32] **Nathalie.B ., Jean-Paul.C.**, (2006), "Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier", dans *Laboratoire d'Analyses Biochimiques*, BP 20619 Ardon - 45166 Olivet Cedex, "Cahier des Techniques de l'Inra", : pp 79-82.
- [33] **Mariem.B.**, (2015), "Étude comparative et optimisation de prétraitements des écorces de bois pour l'extraction des composés phénoliques", thèse de doctorat, l'Université de Technologie de Compiègne.
- [34] **J. Faerber**, (2004), "Microscopie électronique à balayage microanalyse X par sonde électronique", institut de physique et chimie des matériaux de Strasbourg, p53.

[35] **Projet A.B.Cendres de Guyane** - SIMA-PECAT Guyane - Note Technique n°1 – Décembre 2013

[36] **Messaouda.H;** (2012), "Dosage des polyphénols de la tomate « agora » et étude de leur pouvoir antioxydant", Mémoire fin d'étude, Université de Hassiba Ben Bouali –Chleff

[37] **Glories,Y,** La couleur des vins rouges. II Mesure, origine, et interprétation. *Connaissance de la vigne et du vin* 1984, 18, 253-271.

¹https://fr.wikipedia.org/wiki/H%C3%AAtre_commun.

² <https://www.jardindespepins.fr/epandez-les-cendres-au-jardin/>.

³<https://fr.twiza.org/article/104/info-bois-n-2-caracteristiques-du-bois>.



Annexes



Annexe 1: Le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de granulométrie**Tableau I :** les refus des échantillons à différentes mailles.

Mailles	Refus			
	Chêne zeen2016	Bois blanc 2016	Bois rouge 2016	Hêtre 2019
4	13.72	0	0	0
2	2.03	0	0	0
1	28.65	0.01	0	0
500	52.42	0.18	0	14.67
250	37.83	73.86	61.1	41.26
125	36.53	76.85	129.48	80.42
63	19.73	3.31	8.67	35.39
45	6.76	0.09	0.63	19.05
Fond plein	2.33	0.7	0.12	9.01
Masse totale	197.67	154.3	199.88	199.80
Masse initiale	200	155	200	200

Annexe 2: Les tableaux suivants donnent les résultats obtenus lors du test d'humidité**Tableau II :** Résultats du calcul du taux d'humidité à 250 µm.

Fibre de bois	essai	m ₀ (g)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	H(%)	H(%) moy
Hêtre 2019	1	17,6516	19,6521	19,4783	17,6875	8,69	8,92
	2	17,0039	19,0041	18,8281	17,0384	8,80	
	3	19,1024	21,1025	20,9166	19,1388	9,29	
Bois rouge 2016	1	34,8803	36,8806	36,7505	34,9171	6,50	6,59
	2	33,7196	35,7197	35,5897	33,7537	6,50	
	3	29,6634	31,6637	31,5279	29,6943	6,79	
Bois blanc 2016	1	16,8365	18,837	18,6907	16,8574	7,31	7,30
	2	17,183	19,1832	19,037	17,2018	7,31	
	3	17,9932	19,9935	19,8478	18,016	7,28	
Chêne zeen 2016	1	17,0862	19,0867	18,9369	17,1078	7,49	7,52
	2	18,8634	20,8643	20,714	18,8858	7,51	
	3	17,3135	19,3154	19,1641	17,3284	7,56	

Tableau III : Résultats du calcul du taux d'humidité à 125 μm .

Fibre de bois	essai	m_0 (g)	m_1 (g)	m_2 (g)	m_3 (g)	H (%)	H(%) moy
Hêtre 2019	1	17,6516	19,6517	19,4659	17,6877	9,29	9,32
	2	17,0039	19,0039	18,8159	17,0403	9,40	
	3	19,1024	21,1026	20,9174	19,1441	9,26	
Bois rouge 2016	1	16,8365	18,8366	18,6795	16,8773	7,85	7,85
	2	17,183	19,1831	19,0251	17,2079	7,90	
	3	17,9932	19,9932	19,8371	18,0194	7,81	
Bois blanc 2016	1	17,0862	19,0863	18,9215	17,1097	8,24	8,39
	2	18,8634	20,8634	20,6965	18,8917	8,34	
	3	17,3135	19,3135	19,1419	17,3297	8,58	
Chêne zeen 2016	1	34,8803	36,8803	36,7078	34,9166	8,62	8,75
	2	33,7196	35,7196	35,5504	33,753	8,46	
	3	29,6634	31,6634	31,4799	29,6918	9,18	

Annexe 3 : les tableaux suivants donnent les résultats obtenus lors du test d'absorption d'eau

Tableau IV : Résultats du calcul du taux d'absorption à 125 μm

Fibre de bois	m_1 (g)	m_2 (g)	W (%)
Hêtre 2019	1	4,2315	65,53
Bois rouge 2016	1	6,7205	85,12
Bois blanc 2016	1	4,3054	76,77
Chêne zeen 2016	1	5,1248	80,48

Tableau V : Résultats du calcul du taux d'absorption à 250 μm

Fibre de bois	m_1 (g)	m_2 (g)	W (%)
Hêtre 2019	1	3,8757	62,37
Bois rouge2016	1	5,5727	82,06
Bois blanc 2016	1	3,5078	71,49
Chêne zeen 2016	1	4,1457	75,88

Annexe 4 : les tableaux suivants donnent les résultats obtenus lors du test de cendres**Tableau VI : Résultats du calcul du taux de cendres à 250 μm**

Fibre de bois	N° essai	m ₀ (g)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	TC (%)	TC% moy
Hêtre 2019	1	17,6516	19,6521	19,4783	17,6875	1,97	1,95
	2	17,0039	19,0041	18,8281	17,0384	1,89	
	3	19,1024	21,1025	20,9166	19,1388	2,01	
Bois rouge 2016	1	17,0862	19,0867	18,9369	17,1078	1,17	1,06
	2	18,8634	20,8643	20,714	18,8858	1,21	
	3	17,3135	19,3154	19,1641	17,3284	0,81	
Bois blanc 2016	1	16,8365	18,837	18,6907	16,8574	1,13	1,12
	2	17,183	19,1832	19,037	17,2018	1,01	
	3	17,9932	19,9935	19,8478	18,016	1,23	
chêne zeen 2016	1	34,8803	36,8803	36,7078	34,9166	1,99	1,79
	2	33,7196	35,7196	35,5504	33,753	1,82	
	3	29,6634	31,6634	31,4799	29,6918	1,56	

Tableau VII : Résultats de calcul de taux de cendres à 125 μm

Fibre de bois	N° essai	m ₀ (g)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	TC (%)	TC% moy
Hêtre 2019	1	17,6516	19,6517	19,4659	17,6877	1,99	2,09
	2	17,0039	19,0039	18,8159	17,0403	2,01	
	3	19,1024	21,1026	20,9174	19,1441	2,30	
Bois rouge 2016	1	17,0862	19,0863	18,9215	17,1097	1,28	1,23
	2	18,8634	20,8634	20,6965	18,8917	1,54	
	3	17,3135	19,3135	19,1419	17,3297	0,89	
Bois blanc 2016	1	16,8365	18,8366	18,6795	16,8773	2,21	1,66
	2	17,183	19,1831	19,0251	17,2079	1,35	
	3	17,9932	19,9932	19,8371	18,0194	1,42	
Chêne zeen 2016	1	34,8803	36,8806	36,7505	34,9171	1,97	1,82
	2	33,7196	35,7197	35,5897	33,7537	1,82	
	3	29,6634	31,6637	31,5279	29,6943	1,66	

Annexe 5 : La figure.1. Montre les résultats liés à l'étalonnage par l'acide gallique

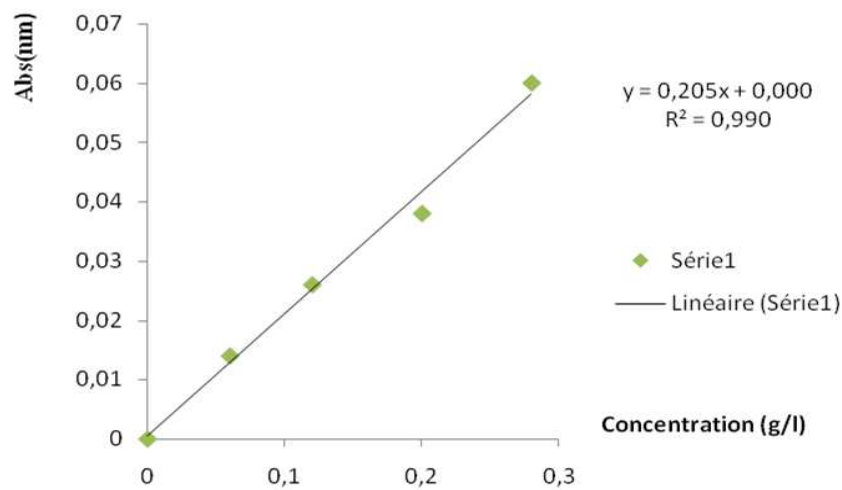


Figure.1.Courbe étalonnage avec l'acide gallique à 0,5 g/L

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

$$Y=0,205 x$$

$$R2 = 0,990$$

Annexe 6 : Les tableaux suivants donnent les résultats des absorbances des échantillons de polyphénols.

Tableau VIII: résultats de taux de polyphénols à 250 μ m (Folin-Ciocalteu dilué 20 fois).

N° d'essai	Absorbance	Hêtre	Bois rouge	Bois blanc	Chêne zeen
1	Abs1	0,186	0,201	0,143	0,367
2	Abs2	0,105	0,168	0,277	0,293
3	Abs3	0,109	0,188	0,162	0,293
	Abs moy	0,133	0,186	0,194	0,318
	Taux de polyphénols (%)	0,650	0,906	0,946	1,550

Tableau IX: Résultats du taux de polyphénols à 250 μ m (Folin-Ciocalteu dilué 10 fois).

N° d'essai	Absorbance	Hêtre	Bois rouge	Bois blanc	Chêne zeen
1	Abs1	0,135	0,154	0,174	0,310
2	Abs2	0,192	0,289	0,234	0,385
3	Abs 3	0,112	0,175	0,220	0,303
	Abs moy	0,146	0,206	0,21	0,333
	Taux de polyphénols (%)	0,714	1,005	1,021	1,623

Tableau X: Résultats du taux de polyphénols à 125 μ m (Folin-Ciocalteu dilué 20 fois)

N° d'essai	Absorbance	Hêtre	Bois rouge	Bois blanc	Chêne zeen
1	Abs 1	0,151	0,186	0,217	0,286
2	Abs 2	0,145	0,270	0,217	0,341
3	Abs 3	0,161	0,191	0,219	0,350
	Abs moy	0,152	0,216	0,218	0,326
	Taux de polyphénols(%)	0,743	1,052	1,062	1,589

Tableau XI: résultats de taux de polyphénols à 125 μ m (Folin-Ciocalteu dilué 10 fois)

N° d'essai	Absorbance	Hêtre	Bois rouge	Bois blanc	Chêne zeen
1	Abs1	0,162	0,220	0,219	0,341
2	Abs2	0,164	0,221	0,274	0,391
3	Abs 3	0,157	0,219	0,192	0,381
	Abs moy	0,16	0,22	0,228	0,37
	Taux de polyphénols(%)	0,785	1,073	1,114	1,810

Annexe 7 : Le tableau suivant la différence entre les résineux et les feuillus par leur composition chimique [26].

Tableau XII : La différence entre les résineux et les feuillus par leur composition chimique [26].

Composition chimique du bois	Résineux	Feuillus	Rôle
Cellulose : principale constituants du bois	40-45%	38-50%	Résistance en flexion
Lignine : rend imperméable et rigide les cellules	26-34%	23-30%	Résistance en traction et protection contre parasite
Hémicellulose : similaire à la cellulose	7-15%	19-26%	Lien entre cellulose et lignine
Extractible : substances divers	2-8%		

Annexe 8 : Le tableau suivant donne les résultats de taux de cellulose

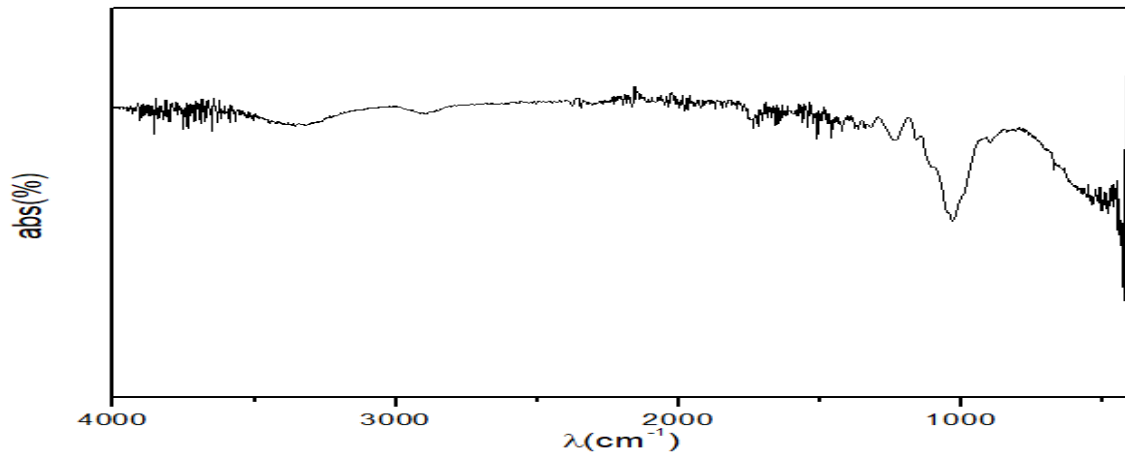
Tableau XIII : résultats de taux de cellulose.

Fibre de bois	Taux de cellulose C (%)
Hêtre 2019	25.96
Bois rouge 2016	26.96
Bois blanc 2016	32.77
Chêne zeen 2016	38.12

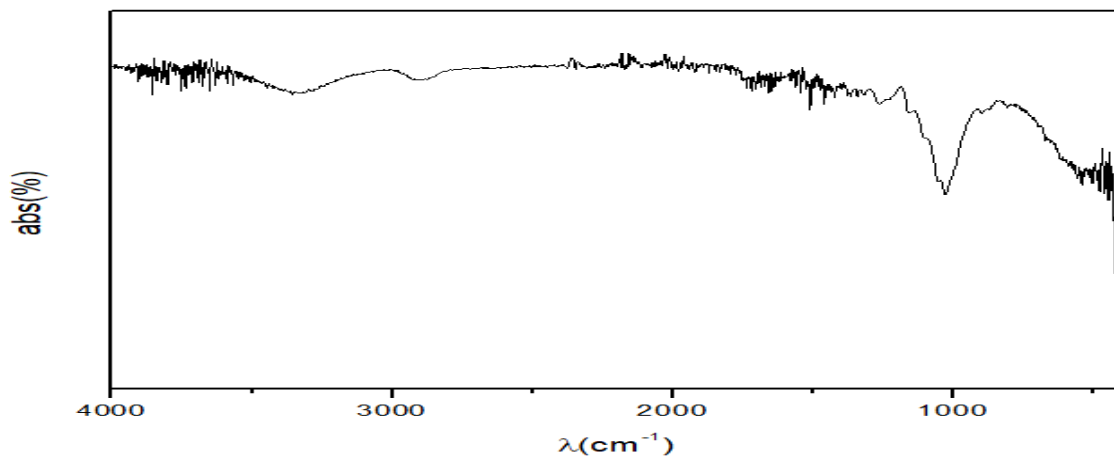
Annexe 9 : Le tableau suivant donne les résultats de taux de lignines

Fibre de bois	Taux de lignine ADL (%)
Hêtre 2019	23
Bois rouge 2016	25
Bois blanc 2016	24
Chêne zeen 2016	21

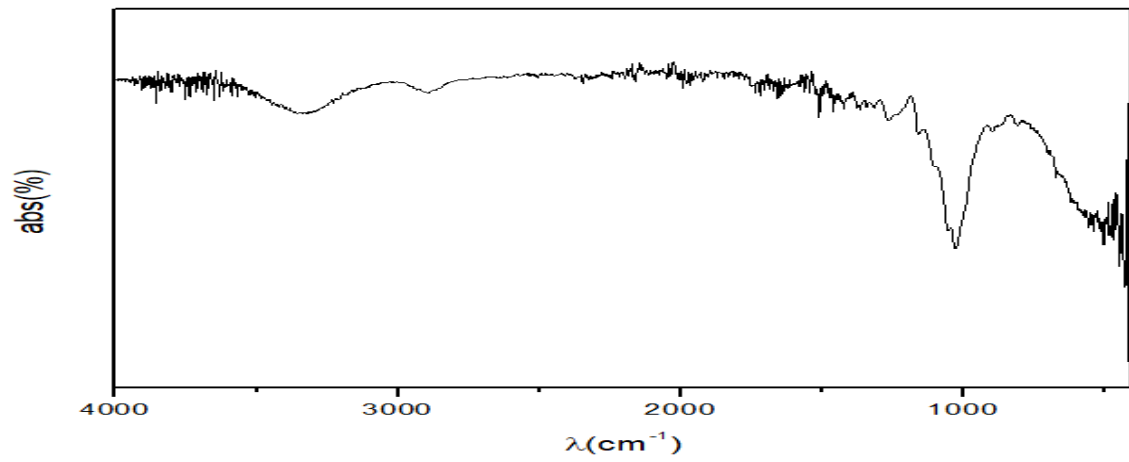
Annexe 10 : Les résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) sont présentés ci-dessous



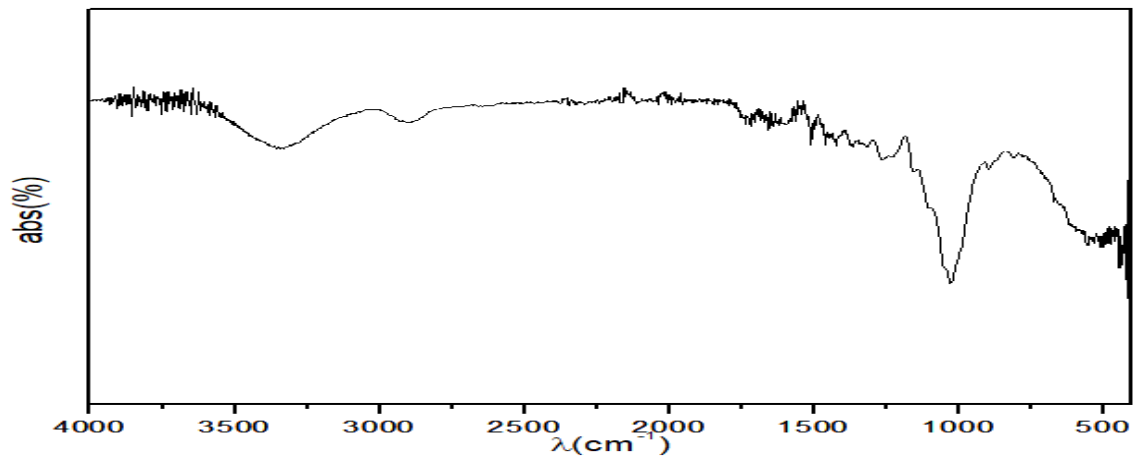
Le spectre IR de la fibre vierge du hêtre



Le spectre IR de la fibre vierge du bois rouge



Le spectre IR de la fibre vierge du bois blanc



Le spectre IR de la fibre vierge de chêne zeen

Remerciements

Dédicaces

Liste des abréviations

Liste de figures et tableaux

Sommaire

Introduction.....	1
Chapitre I : Généralité sur le bois	3
1 Structure du bois.....	3
1.1 L'échelle macroscopique	3
1.1.1 Les plans de référence du bois	4
1.1.2 Le plan ligneux des résineux et feuillus	5
1.2 L'échelle mésoscopique	6
1.3 L'échelle moléculaire	7
1.3.1 La couche intercellulaire	8
1.3.2 La paroi primaire	8
1.3.3 La paroi secondaire	8
2 Composition chimique.....	9
2.1 Les principaux composants chimiques du bois	9
2.1.1 Cellulose.....	9
2.1.2 Hémicelluloses	11
2.1.3 Lignine	12
2.1.4 Extractibles.....	12
2.1.4.1 Terpènes (et terpénoïdes).....	13
2.1.4.2 Composés phénoliques	13
2.1.4.3 Cires et graisses	14
2.1.5 Cendres.....	14

2.2	Organisation microscopique et répartition des constituants du bois	14
3	L'eau dans le bois.....	15
3.1	L'eau libre ou "capillaire"	15
3.2	L'eau liée ou adsorbée.....	16
Chapitre II : Méthodes et matériels.....		17
1	Matériel végétal.....	17
1.1	Chêne zeen.....	17
1.2	Bois blanc	18
1.3	Bois rouge.....	18
1.4	Bois de hêtre	19
2	Préparation de l'échantillon.....	19
3	Caractérisation physique des fibres de bois	20
3.1	Granulométrie des fibres de bois	20
3.2	Mesure du taux d'humidité.....	20
3.3	Détermination du taux d'absorption.....	21
4	Caractérisation chimique des fibres de bois.....	22
4.1	Mesure du taux de cendres	22
4.2	Extraction des composés phénoliques	23
4.2.1	Préparation des solutions à base des différents bois.....	23
4.2.2	Dosage des polyphénols totaux	24
4.2.3	Réalisation de la Courbe d'étalonnage	26
4.3	Dosage de la cellulose	26
4.4	Extraction de la lignine avec un détergent acide (ADL selon Van Soest).....	27
4.5	Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) mode ATR. 29	29
5	Caractérisation anatomique.....	30
5.1	Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B.).....	30

Chapitre II : Discussions de résultats	33
1 Caractérisation physico chimique des fibres de bois	33
1.1 Caractérisation physique.....	33
1.1.1 Analyse granulométrique	33
1.1.2 Détermination du taux d'humidité	34
1.1.3 Détermination du taux d'absorption d'eau.....	35
1.2 Caractérisation chimique	36
1.2.1 Détermination du taux de cendre.....	36
1.2.2 Détermination du taux de polyphénols.....	37
1.2.3 Détermination du taux de cellulose	39
1.2.4 Détermination du taux de lignine	39
1.2.5 Analyse des échantillons par spectrométrie proche infrarouge (SPIR).....	41
2 Analyse de morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	43
Conclusion	46
Références bibliographiques	48
Annexes	
Table des matières	
Résumé	

Résumé

Le chêne zeen (*Quercus canariensis*) fait partie d'un groupe d'espèces caducifoliées, réparties sur le circuit méditerranéen. Ce dernier fournit un volume considérable de bois d'œuvre et d'industrie, cependant très peu d'études ont été menées sur la sur sa gestion et sa valorisation. L'objectif premier de notre travail consiste a la caractérisation des fibres du bois de chêne zeen et des déchets de menuiserie (Bois blanc 2016, bois rouge 2016 et bois de hêtre 2019) selon deux diamètres bien définis ($d=250\ \mu\text{m}$ et $d=125\ \mu\text{m}$). Afin d'élaborer une fiche technique du bois de chêne zeen, diverses analyses ont été effectuées à savoir: la détermination du taux d'humidité, taux d'absorption d'eau, taux de cendres, taux de celluloses et le taux lignine 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 microscope électronique à balayage (MEB) ont été aussi réalisées. Les résultats ont montré que notre essence nationale est un bois dur et surtout de faible anisotropie, sa durabilité reste satisfaisante. Ses propriétés physico chimiques et anatomiques sont proches des déchets de menuiserie (Bois blanc, bois rouge et bois de hêtre) issus de bois d'œuvre.

Mots clés : Chêne zeen, déchets de menuiserie, celluloses, lignine, UV-Visible, spectroscopie proche infrarouge, microscope électronique à balayage.

Abstract

The zeen oak (*Quercus canariensis*) belongs to group of deciduous species spread over the Mediterranean circuit. It provides a considerable amount of lumber and industry, however very little study has been conducted on the management and valuation. The main objective of our work is to characterize the fibers of zeen oak wood and carpentry waste (2016 white wood, 2016 red wood and 2019 beech wood) according to two well-defined diameters ($d=250\ \mu\text{m}$ and $d=125\ \mu\text{m}$). In order to develop a technical data sheet of zeen oak, various analyzes have been carried out namely: the determination of the moisture content, water absorption rate, ash content, celluloses rate and lignin content of sawdust. The level of phenolic compounds was achieved by UV-Visible spectroscopy; structural characterization by near infrared spectroscopy (NIRS) and anatomical fiber scanning electron microscopy (SEM) were also performed. The results showed that our national species is a hard wood and especially low anisotropy, its durability remains satisfactory. Its physicochemical and anatomical properties are close to carpentry waste (white wood, red wood and beech wood) derived from lumber.

Key words: Zeen oak, carpentry waste, celluloses, lignin, UV-Visible, near-infrared spectroscopy, scanning electron microscope.