

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI OUZOU**



**FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE**

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention de Diplôme de Master en chimie

Spécialité : Chimie de l'environnement

Thème

**Caractérisation chimique du bois de chêne zéen (*Quercus canariensis* Willd.) et du roseau commun (*Phragmites australis*) :
Dosage des polyphénols**

Préparé par : M^{elle} DEBIT ZAINA

Présenté devant :

Président : M^{er} MOUSSAOUI. R M. C. (A).U.M.M.T.O

Examineur : M^{er} ASLA. T M.A. U.M.M.T.O

Examinatrice : M^{elle} CHEIKH. A M.A.U.M.M.T.O

Promotrice : M^{me} LOUNI. D M.A. U.M.M.T.O

Invité : M^{er} LATEB .Y M. A. U.M.M.T.O

2014/2015

Soutenue le : 28/09/2015

REMERCIEMENT

Au terme de mon travail,

Je tiens à exprimer mes remerciements

tout d'abord au bon Dieu le plus puissant

A M^me LOUNI. D, d'avoir accepté de m'encadrer, et pour ces conseils

qui ont été précieux.

A M^{er} MOUSSAOUI. R, d'avoir accepté de présider l'honorable jury

A M^{elle} CHEIKH. A, M^{er} ASLA. T, et M^{er} LATEB. Y

d'avoir examiné mon travail

A toutes les personnes qui de près ou de loin, ont contribué à

l'élaboration de ce travail

Merci 

Dédicaces

 Je dédie ce travail 

A mes très chers parents

*Que je ne pourrais jamais assez remercier
pour tout ce qu'ils ont fait pour moi*

A la mémoire de mon grand père

A mes grands-parents

A mon adorable frère « YAZID »

A ma chère sœur « FAZIA »

A mon mari « Rachid » et toute sa famille

A ma très chère « OUERDIA »

A toutes personnes chères à mon cœur

A toutes personnes qui m'aime

A toutes personnes que j'aime



Introduction générale.....01

Chapitre I : Généralités sur le bois de chêne zéen et le roseau commun

1. Monographie de l'espèce « *Quercus canariensis* Willd. »02

1.1. Introduction.....02

1.2. Définition et origine de chêne zéen.....02

1.3. Classification et position systématique.....02

1.4. Description botanique.....03

1.5. Etat des connaissances sur la structure du bois.....04

1.5.1. Structure macroscopique.....04

1.5.2. Structure microscopique05

1.5.3. Composition chimique du bois.....05

1.6. Durabilité naturelle du bois.....09

2. Monographie de l'espèce « *Phragmites australis* ».....10

2.1. Historique.....10

2.2. Définition.....10

2.3. Position et classification systématique10

2.4. Description.....11

2.5. Type de roseau commun.....11

2.6. Aire de répartition et habitats.....12

2.7. Composition chimique de la fibre de roseau.....13

2.8. Utilisations de roseau commun.....13

Chapitre II : Les composés phénoliques de bois de chêne zéen

1. Introduction.....14

2. Définition et structure des phénols totaux.....14

3. Biosynthèse des polyphénols.....14

4. Classes des polyphénols dans le bois.....15

5. Importance des extractibles de bois.....17

6. Sources de variation de la concentration en polyphénols dans le bois.....17

Chapitre III : Matériels et méthodes

1. Echantillonnage	18
2. Présentation de la zone d'étude (forêt d'AKFADOU).....	18
3. Choix des stations d'étude.....	19
4. Caractérisation chimique de bois de chêne zéen et de roseau commun.....	19
4.1. Détermination de taux de polyphénols par Spectroscopie à UV.....	19
4.1.1. Matériel végétal.....	19
4.1.2. Matériel et réactifs utilisés.....	20
4.2. Mesure de taux de cendres.....	23
4.2.1. Mode opératoire.....	23
4.2.2. Expression des résultats	24
4.3. Analyse par spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	24
4.2.1. Définition.....	24
4.2.2. Principe.....	24
4.4. Analyse de morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	26
4.4.1. Principe.....	26
4.4.2. Mode opératoire.....	27
5. Analyse statistique.....	27

Chapitre IV : Résultats et discussion

1. Détermination de la teneur en composés phénoliques par spectroscopie à UV... ..	28
2. Taux de cendres.....	31
3. Analyse par spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	33
4. Analyse de morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	35
Conclusion.....	37

Références bibliographiques

Annexes

Liste des figures et des tableaux

N° de la figure	Titre de la figure	N° de la page
01	Planche des différents organes du chêne zéen	03
02	Structure macroscopique de l'arbre	04
03	Représentation schématique d'une fibre de bois	05
04	Structure moléculaire de la cellulose avec son unité répétitive	06
05	Structure des chaînes polymères de cellulose	06
06	Structure d'un type de xyloglucane	07
07	Les trois principaux monolignols qui donnent naissance à la lignine	07
08	Distribution des constituants chimiques principaux dans les parois cellulaires	08
09	Morphologie externe du roseau commun	10
10	Photo d'un roseau commun	11
11	Type de roseau commun	12
12	Grande colonie de <i>Phragmites australis</i> en bordure d'une autoroute québécoise	12
13	Une colonie au bord du lac Baiyangdian, au nord de la Chine	13
14	Biosynthèse des polyphénols par la voie de shikimate	14
15	Structure du 2-phényle chromane ; Structure générale des flavonoïdes	15
16	Structure des Anthocyanosides	15
17	Structure d'acides phénols dérivés de l'acide benzoïque	16
18	Structure d'acides phénols dérivés de l'acide cinnamique	16
19	Image satellite des différentes stations étudiées dans la région d'Akfadou	18
20	Échantillons d'aubier, duramen, et de roseau commun de deux stations d'étude	19
21	Broyages de sciure de bois et de roseau	20
22	Schéma des trois étapes élémentaires de l'extraction solide/liquide par un solvant dans un solide végéta	21
23	Préparation de la pesée	21
24	Préparation des filtrats	21
25	Schéma de dosage des polyphénols	22

Liste des figures et des tableaux

26	Différentes étapes de mesure de taux de cendres	24
27	Montage d'analyse par spectroscopie IRTF	25
28	Spectromètre infrarouge de Fourier	25
29	Photo de MEB 'PHILIPS XL 20'	26
30	Principe de microscope électronique à balayage	26
31	Les valeurs moyennes de la teneur en phénols totaux dans l'Aubier et le Duramen de bois.	28
32	Les valeurs moyennes de la teneur en phénols totaux dans le bois de chêne zéen et de roseau commun	30
33	Les valeurs moyennes de la teneur en cendre	32
34	Spectre IR de duramen, aubier de chêne zéen deux stations étudiées	33
35	Spectre infrarouge de roseau commun	34
36	Micrographies MEB : duramen, aubier et roseau commun Grossissement 1000x	35

N° de tableau	Titre du tableau	N° de la page
I	Principaux composés du bois de chêne sec	05
II	Composition chimique d'une fibre de roseau	12
III	Bandes et pics d'absorption des polyphénols dans l'aubier et le duramen de bois	Annexe 01
IV	Bandes et pics d'absorption des polyphénols dans le roseau commun	Annexe 02

Abréviation	Signification
Abs	Absorbance
AG	Agoulmime
AKF	Akfadou
AU	Aubier
C₄H	Cinnmate 4-Hydroxylase
DU	Duramen
F.C	Folin-Ciocalteu
ha	hectare
IRTF	Infra Rouge à Transformée de Fourier
KBr	Bromate de potassium
Km	Kilomètre
M	couche intercellulaire
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
PAL	Phénylalanine Ammonia-Lyase
ppm	partie par millions
P	paroi primaire
S1, S2, S3	paroi secondaire
ssp	Sous espèce
UV	Ultra Violet
W	Teneur en cendres

Introduction générale

La forêt couvre aujourd'hui environ 4000 millions d'hectares, soit 30% de la surface totale des terres émergées. La surface forestière par habitant est de 0.62 ha en moyenne. La superficie forestière mondiale poursuit un lent déclin, bien que le reboisement de zones tempérées compense de plus en plus la déforestation des forêts tropicales. L'extraction annuelle de bois est d'environ 5 milliards de m³, ce qui fait du bois le produit naturel le plus exploité par l'homme (FAO, 2006).

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 (BENYOUCEF *et al.*, 2015).

Bien que le bois de chêne zéen de l'espèce « *Quercus canariensis* » soit un bois hétérogène, caractérisé par une structure très forte, mais il reste très peu valorisé par l'industrie du bois de notre pays (HADAD, 1990).

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

C'est dans ce contexte que nous nous sommes proposé d'étudier les caractéristiques chimiques de bois de chêne zéen de deux stations de la forêt d'Akfadou (Grande Kabylie), avec une comparaison à celles de roseau commun, en effectuant ; un dosage des composés phénoliques, mesure de taux de la matière minérale (cendres), sous l'influence de la variabilité de l'altitude, l'endroit d'extraction et la nature de l'espèce végétale.

Le travail effectué porte sur deux parties essentielles :

- La première théorique est consacrée à une étude bibliographique sur le bois de chêne zéen (*Quercus canariensis* Willd.), le roseau commun (*Phragmites australis*), les polyphénols et leur classes ;
- La seconde pratique subdivisée en matériels et différentes méthodes d'analyses effectuées, suivie de résultats obtenus au cours de notre expérimentation et d'une discussion.

Chapitre I

Chapitre I

Généralités sur le bois de chêne zéen
Généralités sur le bois de chêne zéen
et le roseau commun

1. Monographie de l'espèce « *Quercus canariensis* Willd.»

1.1. Introduction

A l'exception de quelques travaux fragmentaires (WOJTERSKI, 1988; SALAMANI, 1990; MEDDOUR, 1993), les peuplements de chênes caducifoliés du massif d'Akfadou n'ont pas donné lieu à des analyses phytosociologiques récentes depuis l'étude fondamentale de QUEZEL, (1956).

Les travaux de recherche réalisés jusqu'à présent sur le chêne zéen dans la région de l'Akfadou ont traité essentiellement de la dendroécologie (MESSAOUDENE, 1989), de la phytosociologie (LARIBI, 2000) et de la qualité du bois (MESSAOUDENE *et al.*, 2008).

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 (BERRICHI, 1993).

1.2. Définition et origine de chêne zéen

Le chêne zéen ou chêne des canaries, *Quercus canariensis* de la famille des fagacées, est un chêne originaire du Sud de Portugal, de l'Espagne, de la Tunisie, de l'Algérie et du Maroc, il n'est pas actuellement présent dans les îles canaries. Bien plus répandu en Afrique du Nord, où il constitue la majeure partie des forêts semi caducifoliées en situation littorale dont fait partie la Kabylie (QUEZEL et MEDAIL, 2003).

1.3. Classification et position systématique

ZINE EL ABIDINE, (1987) propose d'intégrer l'ensemble des formes de chêne zéen au sein d'une seule espèce collective *Quercus faginea lamk.S.L*, laquelle est subdivisée en trois sous espèces :

- ssp .cannariensis
- ssp .faginea
- ssp .tlemcensis

Actuellement la classification adoptée par ARRAGON, (2001) pour le chêne zéen est la suivante :

- Règne : Végétaux
- Embranchement : Spermaphytes
- Sous embranchement : Angiospermes
- Classe : Dicotylédones

- **Sous classe :** Apitales
- **Ordre :** Fagales
- **Famille :** Fagacées
- **Genre :** Quercus
- **Espèce :** *Quercus canariensis* Willd.

1.4. Description botanique

Le chêne zéen (*Quercus canariensis* Willd.) est une espèce monoïque (Fig.01) pouvant atteindre plus de 30m de hauteur et un diamètre de 1.30m à 2m, avec un fût très élancé et un houppier étalé en peuplements clairs et fastigié dans les formations très denses. Son écorce est profondément fissuré de couleur brun foncé (TAFER, 2000).

Ces feuilles sont lancéolées plus ou moins auriculées à la base. Le limbe forme de 10 à 12 paires de lobes régulières et arrondies. Les nervures principales saillantes à la face inférieure, elles ont une longueur de 5 à 20cm et une largeur de 4 à 12 cm.

Les fruits sont des glands à cupule peu profonde, couvrant un tiers de fruit, recouverts d'écailles courtes imbriquées, leurs longueur varie de 20 à 40mm et leurs diamètre de 10 à 15mm (MAIRE, 1961).



(A) : Arbre de chêne zéen



(B) : Ecorce d'un arbre adulte



(C) : Avers de la feuille



(D) : Revers de la feuille



(E) : Gland de chêne zéen

Fig. 01 : Planche des différents organes du chêne zéen (RABHI, 2011).

1.5. Etat des connaissances sur la structure du bois

Le bois est une matière ligneuse et compacte, et sans doute le matériau le plus anciennement utilisé par l'homme. Produit de la nature, il ne nécessite pour sa mise en œuvre que fort peu d'énergie (TINGAUT, 2006).

1.5.1. Structure macroscopique

Lorsque on regarde la section transversale (Fig.02) d'un tronc d'arbre, plusieurs éléments caractéristiques sont visible à l'œil nu. De la moelle vers l'extérieur on distingue une première zone centrale appelée duramen (bois mort), et une zone plus claire appelé aubier (bois fonctionnel), le cambium et enfin l'écorce (TINGAUT, 2006).

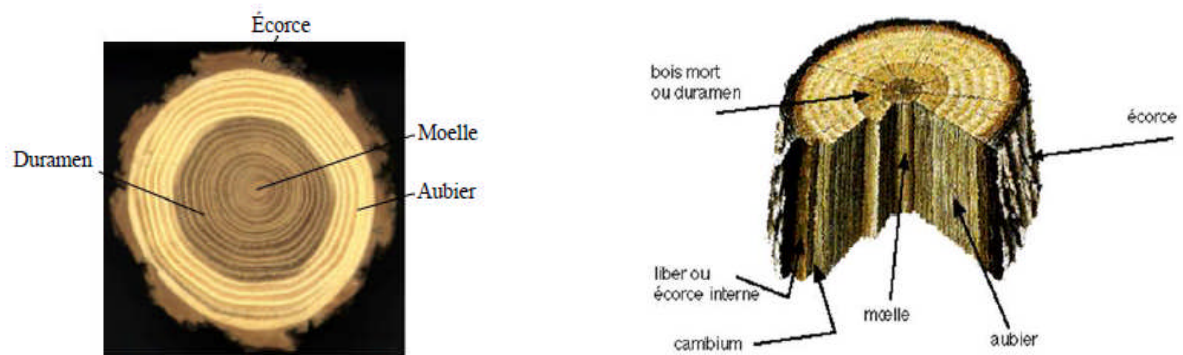


Fig. 02 : Section transversale d'un tronc de l'arbre (NAVI et HEGER, 2005).

1.5.1.1. Aubier

L'aubier est la partie jeune du tronc ou de la branche formée par les dernières couches annuelles de croissance du bois. Ces couches successives se superposent au cours des années et forment les cernes. Il est généralement de couleur plus claire que le cœur, constitué de cellules vivantes, de fibres ligno-cellulosiques xylémiennes, ainsi que de vaisseaux conduisant la sève brute contenant les nutriments vers les feuilles (SHIGO et HILLIS, 1973).

1.5.1.2. Duramen

Le bois de cœur ou duramen ne participe plus directement à la croissance de l'arbre car ses cellules sont mortes. Son rôle principal est le maintien mécanique et la structure de l'arbre. Cependant, en cas d'agression, il reste capable de libérer, par dégradation, des molécules de défense (généralement des composés phénoliques) qui sont à l'origine de la coloration du bois (SHIGO et HILLIS, 1973).

1.5.2. Structure microscopique

1.5.2.1. Vaisseaux

La zone de bois initial (bois de printemps) présente de gros vaisseaux alignés en bandes tangentielles isolés les uns des autres. Leurs diamètres décroissent régulièrement depuis le début jusqu'à la fin du cerne définissant ainsi une zone poreuse (JACQUAIOT *et al.*, 1973).

La zone de bois final (bois d'été) est formée de vaisseaux nettement plus petits, de taille variable, en formant des alignements radiaux dessinant des flammes caractéristiques des chênes, et leurs ponctuations sont aréolées ou simples (AMEELS, 1989).

1.5.2.2. Fibres

Les fibres sont très nombreuses dans le bois final, irrégulièrement réparties, à trajet rectilignes obliques. Chez le chêne zéen, le lumen est assez réduit à paroi très épaisse, confère à cette essence une densité très élevée, elles sont dotées de ponctuations simples (HAMMICHE, 1990).

1.5.3. Composition chimique du bois de chêne

Le bois est principalement constitué de trois polymères : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine (Fig.03), les autres molécules présentes constituent les composés dits extractibles.

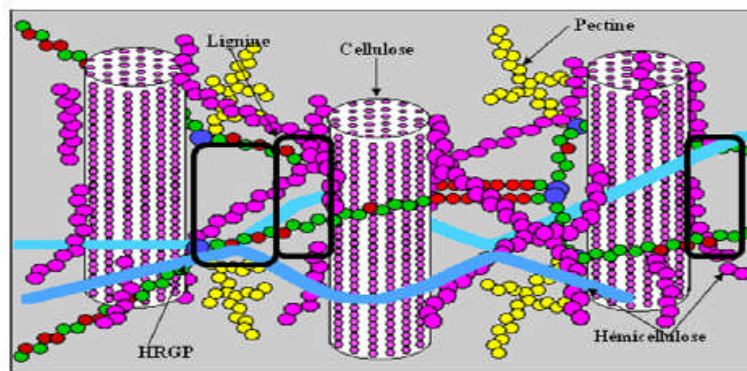


Fig. 03 : Représentation schématique d'une fibre de bois (COUHERT, 2007).

Le tableau I donne le pourcentage massique des principaux composés du bois de chêne :

Tableau I: Principaux composés du bois de chêne sec (KILMARTIN *et al.* , 2001)

Composé	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Extractibles
Proportion (%)	42	22	26	10

1.5.3.1. Cellulose

La cellulose est le composé majeur du bois. Ce polymère linéaire de haut poids moléculaire est constitué d'unités B-D-glucopyranose, liées entre elles par des liaisons covalentes (Fig.04). Chaque unité est liée au carbone en C4 de la suivante par une jonction β comme dans le disaccharide cellobiose, qui forme l'unité répétitive de la cellulose. Le degré de cristallinité de la cellulose du bois est de l'ordre de 60 à 70 % (TINGAUT, 2006).

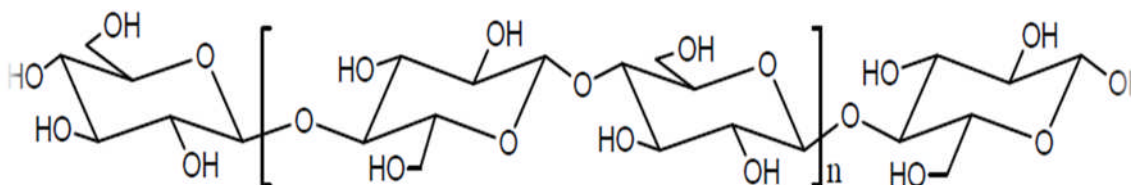


Fig. 04 : Structure moléculaire de la cellulose avec son unité répétitive (TINGAUT, 2006).

Dans le bois les longues chaînes de cellulose ont tendance à développer des liaisons hydrogène intra et intermoléculaires. Les liaisons hydrogènes (Fig.05) peuvent former des microfibrilles, dans lesquelles des régions cristallines (70% de la cellulose) alternent avec des zones moins organisées, appelées « zones amorphes » (TINGAUT, 2006).

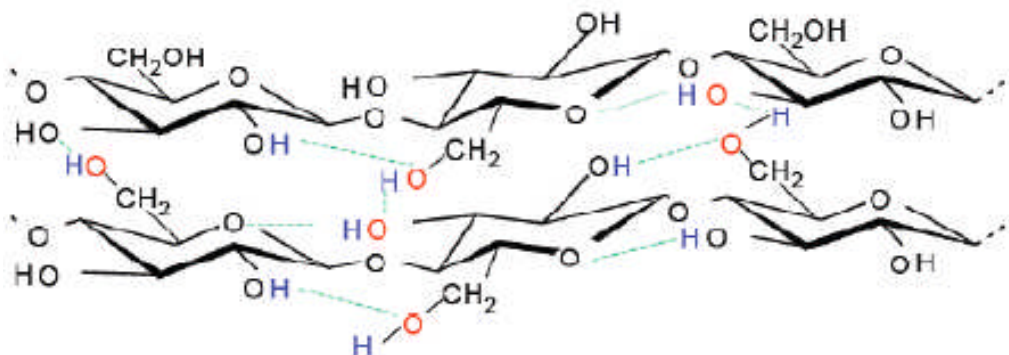


Fig.05 : Structure des chaînes polymères de cellulose (GOVIN, 2004).

1.5.3.2. Hémicelluloses

L'hémicellulose comprend un groupe de polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbone (Fig.06). Elle forme la matrice de support des microfibrilles de cellulose (NICOLAS, 2008).

Elle possède une structure chimique très différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Parmi les hémicelluloses les plus fréquentes, de la paroi des cellules du bois, se trouvent; les familles des xylanes, des mannanes et des galactanes. La classe la mieux étudiée correspond aux

xyloglucanes. Ils sont constitués d'une chaîne de glucose et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fucose (DAVID, 2007).

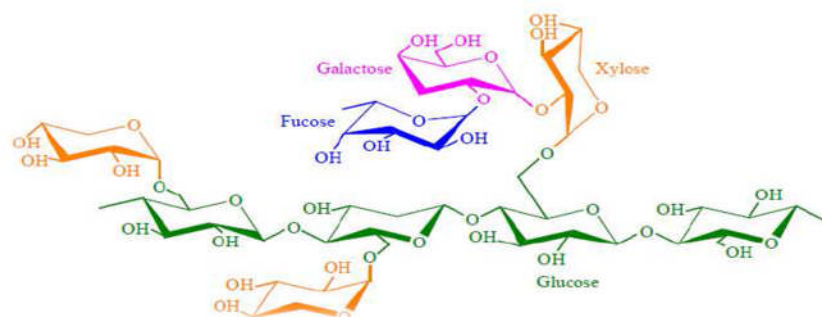


Fig.06 : Structure d'un type de xyloglucane (DAVID, 2007).

1.5.3.3. Lignine

La lignine est un polymère amorphe qui représente entre 10% et 30% du bois et qui a pour unité de base le phénylpropane.

Les unités de base du polymère lignine qui résultent de la polymérisation des trois monolignols, alcool *p*-coumarylique, alcool coniférylique et alcool sinapylique (Fig.07), sont les unités *p*-hydroxyphényl (H), guaïacyl (G) et siryngyl (S) (JOUANIN, 2010).

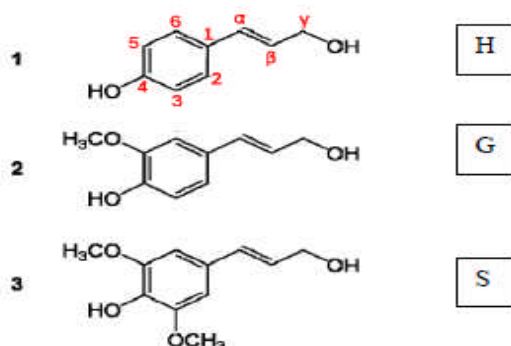


Fig.07 : Les trois principaux monolignols qui donnent naissance à la lignine: **1** alcool *p*-coumarylique ; **2** alcool coniférylique ; **3** alcool sinapylique. (JOUANIN, 2010).

Les trois monomères diffèrent par leur degré de méthylation des noyaux aromatiques. Les gymnospermes contiennent essentiellement l'unité G (avec de faibles quantités d'unités H). Les angiospermes dicotylédones (arbres), contiennent les deux unités G et S (avec de faibles quantités d'unités H). Les angiospermes monocotylédones (herbes) contiennent les trois unités H, G et S. Des unités moins abondantes ont été identifiées dans de nombreuses espèces et peuvent être incorporées dans le polymère à différents niveaux.

La composition de la lignine (Fig.08), varie non seulement avec l'espèce végétale mais aussi avec les tissus, (fibres, xylème...), la strate pariétale (lamelle moyenne, couches S1, S2, S3), l'âge des cellules et l'environnement (lignines de stress) ainsi que les paramètres liés à la fois au développement et à l'environnement influencent la composition et la structure du polymère lignine (JOUANIN, 2010).

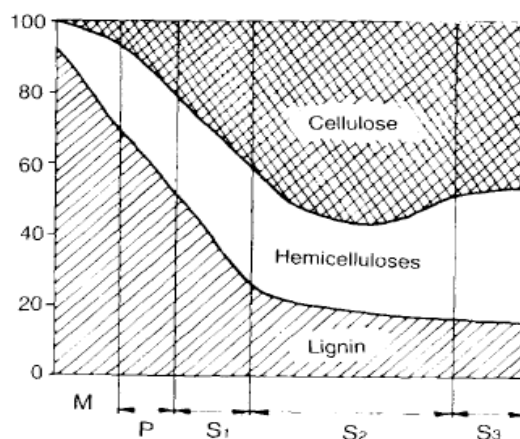


Fig.08 : Proportion relative en cellulose, hémicelluloses et lignine dans la paroi cellulaire de bois (NAVI et HEGER, 2005).

1.5.3.4. Substances de faibles poids moléculaires ou « extractibles »

Les composés de faibles poids moléculaires que l'on trouve dans la structure poreuse du bois sont nommés « extractibles ». Les extractibles ne sont pas liés à la structure des parois cellulaires par des liaisons covalentes et sont par conséquent, accessibles au solvant. Ils n'impliquent en rien l'uniformité de propriétés chimiques de ces produits, au contraire, il s'agit de toute une gamme de composés, dont la plupart sont des métabolites secondaires, qui sont un produit du métabolisme de la plante qui n'est pas indispensable à sa croissance, par opposition aux métabolites primaires comme les protéines et les glucides (STEVANOVIĆ *et al.*, 2009).

1) Extractibles phénoliques du bois

On définit les polyphénols comme les aromatiques portant plus qu'une fonction hydroxyle sur un noyau benzénique ou sur plusieurs noyaux (STEVANOVIĆ *et al.*, 2009).

Un composé phénolique est un dérivé non azoté, dont le ou les cycles aromatiques sont principalement issus du métabolisme de l'acide shikimique ou d'un polyacétate (MAMPOU *et al.*, 1996 ; MACHEIK *et al.*, 2005).

2) Cendres (matières minérales)

Les cendres 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 (**JEBRANE, 2009**).

1.6. Durabilité naturelle du bois

La durabilité naturelle du bois est définie dans la norme **EN 350-1**: il s'agit de la résistance intrinsèque du bois aux attaques des organismes destructeurs. Elle est extrêmement variable et dépend de la nature de l'essence, de son potentiel génétique et dans une moindre mesure, du site de croissance de l'arbre. Ainsi, la présence de molécules pouvant être utilisées comme source de nutriments (amidon et protéines de l'aubier), la nature des différents éléments anatomiques du bois (taille et nature des ponctuations), leur forme et leur structure (limitation de la pénétration de l'eau), la dureté du bois (empêchant le développement des insectes), l'ultrastructure et la perméabilité de la paroi cellulaire, l'absorption liée à la structure du bois (perméabilité de l'aubier supérieure à celle du duramen) et la présence d'extraits toxiques au niveau du duramen ont une influence directe sur la susceptibilité de l'essence à être dégradée par les organismes biologiques.

2. Monographie de l'espèce « *Phragmites australis* »

2.1. Historique

Depuis des milliers d'années, le roseau commun indigène est implanté en Amérique du Nord, mais depuis un peu moins d'un siècle, un génotype beaucoup plus dominant est apparu. Suite à des analyses génétiques, on a découvert que le génotype en question était exotique (génotype M), (SALTONSTALL, 2002). Il apparaisse au Québec dans les herbiers en 1916. Il s'est d'abord propagée le long du fleuve Saintt- Laurent, et a profité de l'essor du réseau routier pour se répandre à l'intérieur des terres (LELONG *et al.*, 2007).

2.2. Définition

Le roseau commun (*Phragmites australis* (Cav.) Trin ex Steud. ; Poaceae) est l'une des espèces végétales envahissantes (JODOIN *et al.*, 2008). Il s'agit d'une espèce hydrophile qui se trouve naturellement dans les milieux humides ou les plaines inondables, comme les marais d'eau douce ou saumâtre (MEYERSON *et al.*, 2000).



Fig. 09 : Morphologie externe du roseau commun

2.3. Classification et position systématique

- Règne Végétal
- Sous règne Tracheobiontea
- Division Magnoliophyte
- Classe Liliopside
- Sous classe Commelinide
- Ordre Cyperales
- Famille Poacées
- Genre Phragmites
- Espèce *Phragmites australis*

2.4. Description

Le roseau commun est une graminée de grande taille (Fig.10), et l'une des plantes vasculaires les plus répandues dans le monde (MAL *et al.*, 2004 ; LAVOIE, 2008).



Fig.10 : Photo d'un roseau commun (Originale, 2015).

La biomasse de roseau commun atteint son maximum de juillet à septembre. Les jeunes pousses commencent à émerger d'Avril à Mai et se développent pendant l'été (HASLAM, 1972). Le taux de croissance semble linéaire (OSTENDORP, 1991) et son diamètre varie peu au cours de son développement (HARA *et al.*, 1993). Les colonies peuvent contenir jusqu'à 325 tiges/m² et les plantes peuvent atteindre en moyenne 2,74 m (MAL *et al.*, 2004).

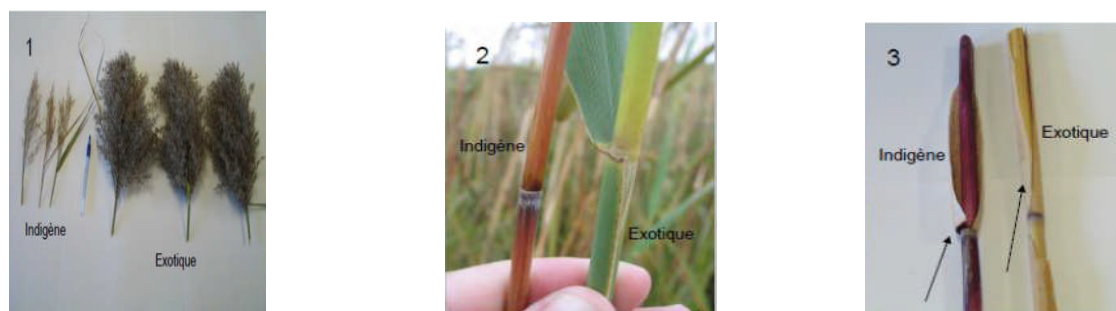
Les tiges sont produites chaque printemps, mais meurent à la fin de l'automne. Elles restent érigées en hiver et s'affaissent progressivement au printemps suivant, formant une litière qui se désagrège lentement. Seul 85% de la litière se décompose en un an (BELOVA, 1993). D'ailleurs, la décomposition du roseau est 1,8 fois plus lente que celle de la quenouille *Typha latifolia* (MASON *et al.*, 1975).

2.5. Type de roseau commun

Il existe en Amérique du Nord plusieurs génotypes de roseau commun, soit au moins onze génotypes indigènes (peu envahissants) et un génotype exotique (génotype M), originaire d'Eurasie, qui lui est particulièrement envahissant. Cette découverte, publiée en 2002 par l'écologiste américaine KRISTIN SALTONSTALL.

LAVOIE, (2008) rappelle que parmi les principales caractéristiques pour différencier les deux roseaux communs sont :

- Taille de la panicule : grande pour l'exotique et petite pour l'indigène ;
- Couleur et cannelure de la tige : l'indigène est lisse et prend une teinte bourgogne au cours de la saison de croissance, alors que l'exotique présente une tige cannelée et reste plutôt jaunâtre ;
- Insertion de la feuille sur la tige : les feuilles de l'indigène se détachent de la tige au niveau de la graine alors que les feuilles de l'exotique sont plus persistantes.



(A) :Panicule

(B): Tige de l'année

(C): Tige de l'année précédente

Fig.11 : Type de *Phragmites australis* (LAVOIE, 2008).

2.6. Aire de répartition et habitats

Le roseau commun est une espèce cosmopolite, c'est-à-dire qu'on la retrouve dans toutes les régions du monde. En effet, des colonies sont présentes en Afrique, en Amérique (du Nord, centrale et du Sud), en Asie, en Australie, en Europe, et en Nouvelle-Zélande (SALTONSTALL, 2002).



Fig.12 : Grande colonie de *Phragmites australis* en bordure d'une autoroute Québécoise (photographie : B. LELONG).

Le roseau commun est une plante de milieux humides. Il prospère sur des sols gorgés d'eau et peu oxygénés, comme le long des cours d'eau, dans les marais et dans les fossés

bordant les routes. On nomme roselières, les colonies de cette espèce considérée envahissante. Elle forme rapidement des colonies très denses qui deviennent pratiquement monospécifiques (LAVOIE *et al.*, 2003)

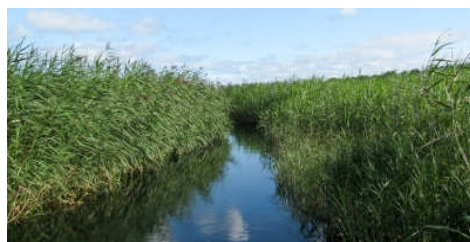


Fig. 13: Une colonie au bord du lac Baiyangdian, au nord de la Chine

(Photographie : **B. LELONG**)

2.7. Composition chimique de la fibre de roseau

Une fibre de roseau commun est constituée comme toutes les fibres végétales de cellulose, d'hémicelluloses, de lignine, de cendres, et de silice. Le tableau II donne le pourcentage massique des principaux composés d'une fibre de roseau commun :

Tableau II : Composition chimique d'une fibre de roseau (ROWELL *et al.*, 1997)

Fibre de roseaux	Cellulose	Lignine	Hémicellulose	Cendre	Silice	Autres
Composé (%)	44.72	22.8	20.0	3	2	7.48

2.8. Utilisations de roseau commun

Les roseaux étaient utilisés localement, dans les toitures des maisons et pour fournir de la litière aux animaux. Ils constituent un abri de choix pour les passereaux et les petits mammifères. Ils sont aussi largement utilisés dans les stations d'épurations à filtre planté de roseaux (phytoépuration), en effet, les racines (rhizomes) assurent une grande surface de contact entre sol-eau usées. Ces derniers produisent des exsudats toxiques pour les bactéries pathogènes (MARIKA *et al.*, 2009)

Chapitre II

Chapitre II

Les composés phénoliques de bois de chêne zéen

1. Introduction

Les composés de faibles poids moléculaires que l'on trouve dans la structure poreuse du bois sont nommés extractibles. Ce nom générique vient du fait que l'on peut extraire ces composés avec les solvants organiques ou l'eau, sans procéder à des traitements sévères qui modifient chimiquement les constituants structuraux de bois. Les extractibles ne sont pas liés à la structures des parois cellulaires par des liaisons covalentes et sont par conséquent accessibles aux solvants (STEVANOVIC *et al.*, 2009).

2. Définition et structure des composés phénoliques

Les phénols totaux ou composés phénoliques sont des molécules spécifiques du règne végétal. Cette appellation générique désigne un vaste ensemble de substances aux structures variées, qu'il est difficile de définir simplement (BRUNETON, 1993).

A l'heure actuelle, plus de 8000 molécules ont été isolés et identifiés (MOMPON *et al.*, 1998). Selon leurs caractéristiques structurales, ils se répartissent en une dizaine de classes chimiques, qui présentent toutes un point commun : la présence dans leur structure d'au moins un cycle aromatique à 6 carbones, lui-même porteur d'un nombre variable de fonctions hydroxyles (OH) (HENNEBELLE *et al.*, 2004).

3. Biosynthèse des polyphénols

L'origine biosynthétique des composés phénoliques des végétaux est proche, tous dérivant de la l'acide shikimique. Cette voie shikimate (Fig.15), conduit à la formation des oses aux acides aminés aromatiques (phénylalanine et tyrosine), puis par désamination de ces derniers, aux acides cinnamiques et à leurs très nombreux dérivés (BRUNETON, 1993).

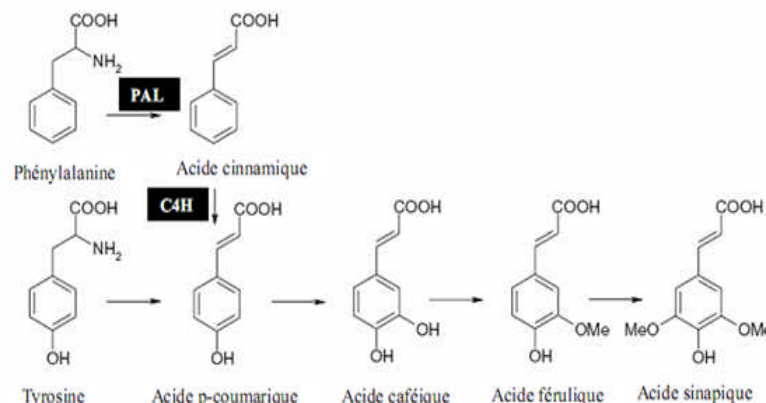


Fig. 14: Biosynthèse des polyphénols par la voie de shikimate (CROZIER *et al.*, 2006).

4. Classes des polyphénols dans le bois

Les polyphénols forment un très vaste ensemble de substances chimiques, ils peuvent être classifiés selon le nombre et l'arrangement de leurs atomes de carbones molécules, ils sont généralement trouvés conjugués aux sucres et les acides organiques (**HARBORNE, 1993 ; MACHEIX *et al.*, 1990**)

4.1. Flavonoïdes

Actuellement, environ de 4000 composés flavoniques sont connus (**EDENHARDER et GRÜNHAGE, 2003**). Il ont tous le même squelette de base à quinze atomes de carbones qui sont arrangés à une configuration C6-C3-C de type phényl-2-benzopyrane ce qui est synonyme avec la structure 2-phényle chromane (**YAO *et al.*, 2004**).

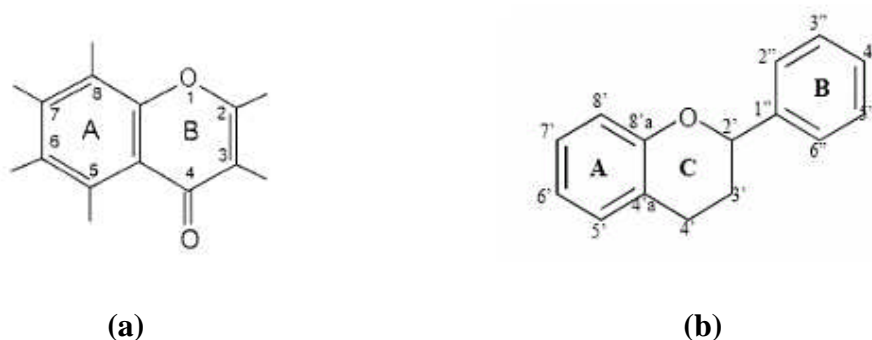


Fig. 15 : (a) : Structure du 2-phényle chromane ; (b) : Structure générale des flavonoïdes (**YAO *et al.*, 2004**).

4.2. Anthocyanosides

Les Anthocyanosides sont caractérisés par l'engagement de l'hydroxyle en position 3 dans une liaison hétérosidique. Leurs génines sont des dérivés du cation 2-phényl-benzopyrylium plus communément appelé cation flavylium (**BROUILLARD, 1997 in BAHORUM, 1997**).

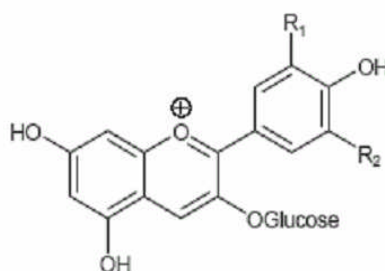


Fig. 16: Structure des Anthocyanosides (**BRUNETON, 1993**).

4.3. Tannins

Les tanins sont souvent classés dans les extractibles variant de 1000 à 4000 selon la source végétale. A l'origine, ces composés colorés étaient utilisés dans l'industrie du tannage du cuir. Ils représentent environ 2 à 5 % de la masse du bois (GRAW *et al.*, 1992).

4.4. Acide phénols dérivés de l'acide benzoïque

Les acides phénols dérivés hydroxylés de l'acide benzoïque sont très communs, aussi bien sous formes libres que combinées à l'état d'ester ou d'hétéroside. L'acide gallique et son dimère (l'acide hexahydroxydiphénique) sont les éléments constitutifs des tannins hydrolysables (BRUNETON, 1993).

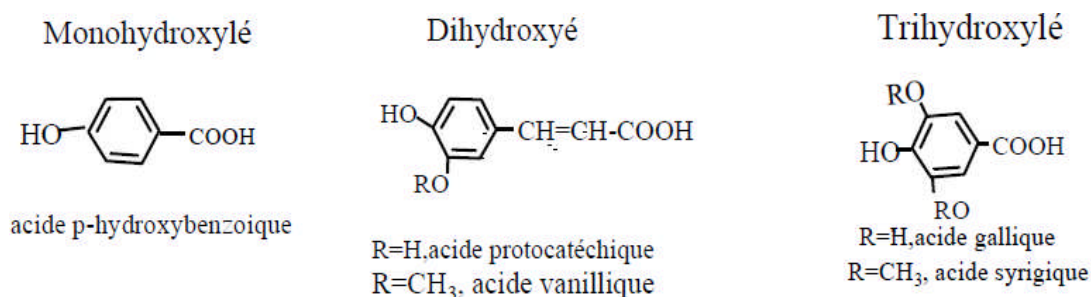


Fig. 17 : Structure d'acides phénols dérivés de l'acide benzoïque (BRUNETON, 1993).

4.5. Acide phénols dérivés de l'acide cinnamique

La plupart des acides phénols (acides coumarique, caféique, férulique, sinapique) ont une distribution très large ; les autres (acides coumarique, férulique) sont peu fréquents (BRUNETON, 1993). Les acides cinnamique et caféique sont des représentants communs du groupe de dérivés 6-C16-C3 phénylpropaniques, qui diffère par son degré d'hydroxylation et de méthylation (COWAN, 1999).

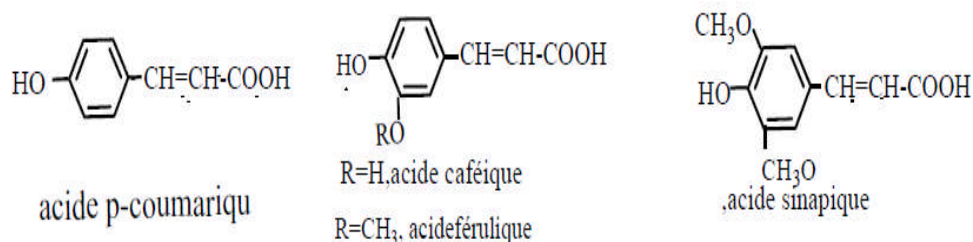


Fig. 18 : Structure d'acides phénols dérivés de l'acide cinnamique (COWAN, 1999).

5. Importance des extractibles de bois

Malgré leur faible quantité dans les bois (moins de 5% de la masse en règle générale), les phénols totaux contribuent de façon importante aux propriétés physiques et technologiques du bois. En effet, les propriétés comme l'odeur, l'acidité et la couleur sont liées directement aux extractibles (MOYA *et al.*, 2012), ainsi que les propriétés technologiques comme la durabilité et le comportement du bois vis-à-vis de l'adhésion, de la finition, du séchage, de la mise en pâte et du blanchiment des pâtes (LALLIER *et al.*, 2008).

6. Sources de variation de la concentration en polyphénols dans le bois

Les teneurs en extractibles sont dépendants de nombreux facteurs, dont l'élément anatomique considéré, la position dans l'arbre, le taux de croissance de l'arbre, l'origine géographique, la génétique et la saison (STEVANOVIC *et al.*, 2009). Cependant, SHURE et WILSON, (1993) ont montré que les espèces pionnières à croissance rapide possèdent des concentrations plus faibles en tannins hydrolysables, mais des concentrations plus importantes en tannins condensés que les espèces à croissance lente et tolérantes à l'ombre.

Concernant le rapport entre la teneur en composés phénoliques et la fertilité du site de croissance, plusieurs auteurs YAAKOUBI *et al.*, (2009) ont démontré l'existence de ce rapport. En forêt tropicale par exemple, MCKEY *et al.*, (1978) ont trouvé que la teneur en polyphénols dans le feuillage était presque deux fois supérieure chez les arbres croissant sur des sols peu fertiles que chez ceux croissant sur des sols riches. De même, en forêt tempérée, ROY *et al.*, (2001) ont trouvé que les teneurs en composés phénoliques dans les feuilles d'érablière étaient significativement faibles dans les milieux xériques de deux sites en étude (DUCHESNAY et TINGWICK).

SNACKERS *et al.*, (2000) atteste qu'une étude sur le chêne sessile (*Quercus petraea*) a montré que les arbres de futaie ont moins d'extraits que les arbres de taillis sous futaie et que l'origine géographique n'a pas d'influence majeure sur la quantité d'extraits. En outre, POT, (2004) établit l'existence d'une influence génétique sur la quantité d'extractibles dans le bois.

Cependant, la concentration peut varier selon la quantité de radiation solaire, une quantité plus importante de polyphénols étant retrouvée chez les plantes croissant en conditions ensoleillées, plutôt qu'en conditions ombragées (WATERRNAN et MOLE, 1994).

Chapitre III

Chapitre III

Matériels et Méthodes

Matériels et Méthodes

1. Echantillonnage

Notre échantillonnage, s'est effectué sur deux stations de la forêt de l'Akfadou (Akfadou, Agoulmime Aberkane) pour le chêne zéen, et (Tifrit Ath El Hadj) pour le roseau commun. Au total dix arbres centenaires ont été récoltés en Octobre 2010, découpés en baguettes (section transversale). Elles sont séchées à l'air libre, transformées en petits copeaux, puis broyées très finement afin d'obtenir une farine. Une caractérisation par spectroscopie infrarouge, spectroscopie UV, a été réalisée pour nos deux matériaux.

2. Présentation de la zone d'étude (forêt d'Akfadou)

Le massif forestier d'Akfadou est situé en grande partie à l'intersection de deux chaînes montagneuses (Fig.19) : la chaîne côtière et celle du Djurdjura. Il est distant du chef lieu de wilaya de TIZI OUZOU de 50 km et de la mer méditerranée à moins de 20 km à vol d'oiseau. La forêt d'Akfadou s'étend sur 11000 ha, soit 18% de la chênaie caducifoliée de l'Algérie. Elle est sous régime domanial, et divisée en deux parties : l'Akfadou Ouest et l'Akfadou Est, dépendant respectivement de la wilaya de Tizi ousou (4600ha) et de Bejaia (6400ha) (MESSAOUDENE *et al.*, 2007).

Les stations choisies pour cette étude sont localisées dans la partie Ouest de ce massif, délimité au Nord par la route nationale n°12, à l'Ouest par Idjur, Ath Ziki, à l'Est par Adekar, Sidi Aich et au Sud par Chemini (Bejaia).

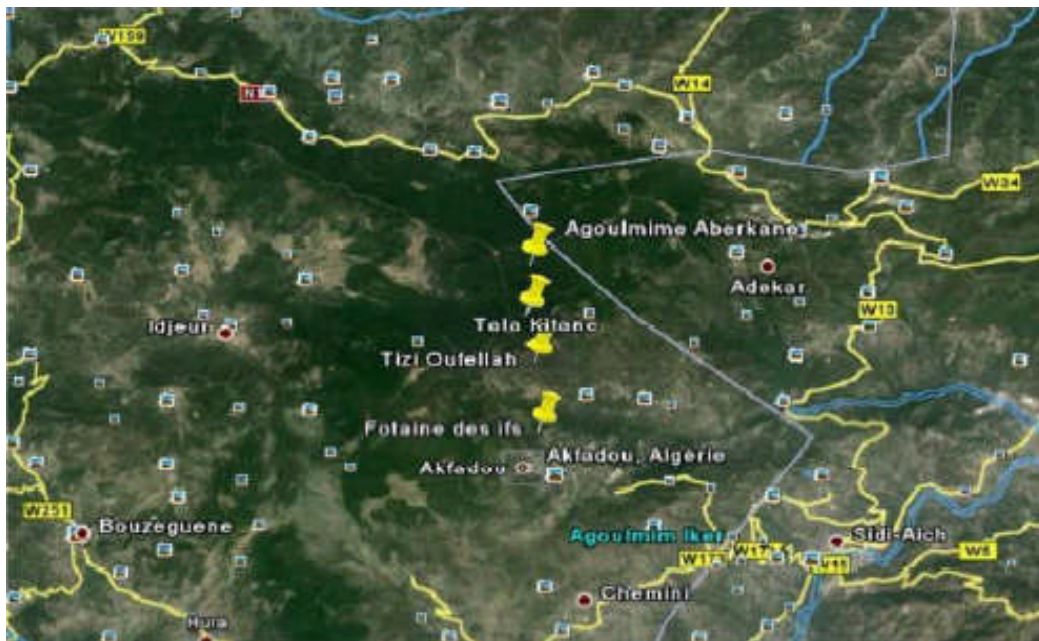


Fig. 19 : Image satellite des différentes stations étudiées dans la région d'Akfadou E (1 /50.000) (Google Earth, 2015).

3. Choix des stations d'étude

La forêt d'Akfadou est caractérisée par une variabilité topographique, édaphique, géologique et floristique. Cette multitude de facteurs physiques crée de nombreuses conditions microclimatiques, d'où une différence à l'échelle des peuplements. Le choix des stations a été dicté par deux impératifs essentiels. D'une part, la station doit être homogène en terme de densité, de ce fait, nous avons choisi des stations plus représentatives de l'Akfadou (Akfadou, Agoulmime Aberkane), tout en excluant les zones perturbées.

De l'autre part, le site choisi doit pouvoir être appréhendé comme une station forestière, homogène sur les plans climatiques, édaphique, topographique et fournit une même production pendant la même période d'aménagement.

4. Caractérisation chimique de bois de chêne zéen et de roseau commun

4.1. Détermination de taux de polyphénols par Spectroscopie à UV

4.1.1. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans cette étude est : le bois de chêne zéen et le roseau commun qui est récolté en Octobre 2010. Les échantillons (Fig.20), sont des poudres (farines) très finement broyées, tamisées, et classées selon l'endroit d'extraction (duramen, aubier pour le bois) et la nature de l'espèce.



(a) : Aubier AKFADOU



(b) : Duramen AKFADOU



(c) : Aubier AGOULMIME



(d) : Duramen AGOULMIME



(e) : Roseau commun

Fig. 20 : Échantillons de poudres : aubier, duramen, et roseau commun (**Originale, 2015**)

4.1.2. Matériels et réactifs utilisés au laboratoire

Pour notre expérimentation, nous avons utilisés le matériel et réactifs suivants :

- Fiole jaugée de 250ml, bécher, erlenmeyer ;
- Pipettes, pro pipettes ;
- Spectrophotomètre, Cuve (cellule) en plastique ;
- Bain-marie, balance ;
- Agitateurs, broyeur ;
- Cristalliseur, creuset ;
- Etuve, tubes à essai ;
- Réactif de Folin Ciocalteu dilué 10 fois (2.5ml de F.C+ 25ml d'eau distillé) ;
- Méthanol à 80% (80% de méthanol+20% d'eau distillée) ;
- Solution de NaCO₃ (carbonate de sodium) à concentration 74g/l ;
- Solution d'acide gallique (0.5g dissout dans un litre d'eau distillée).

4.1.3. Mode opératoire

1. Préparation de la farine (poudre) de bois de chêne zéen et de roseau commun

Les échantillons (Fig.21), du bois de chêne zéen et de roseau commun des différentes stations étudiées, sont broyés à l'aide d'un broyeur ' **RETSCH ZM 200**'.



(a) : Sciure



(b) : Broyeur « **RETSCH ZM 200** »



(c) : Poudre

Fig. 21 : Broyage de la sciure de chêne zéen et de roseau (**Originale, 2015**).

2. Extraction des composés phénoliques

L'objectif de cette extraction (Fig.22) est de libérer les polyphénols présents dans des structures vacuolaires par rupture du tissu végétal et par diffusion. Ces derniers sont extraits par extraction liquide-solide en utilisant le méthanol comme solvant.

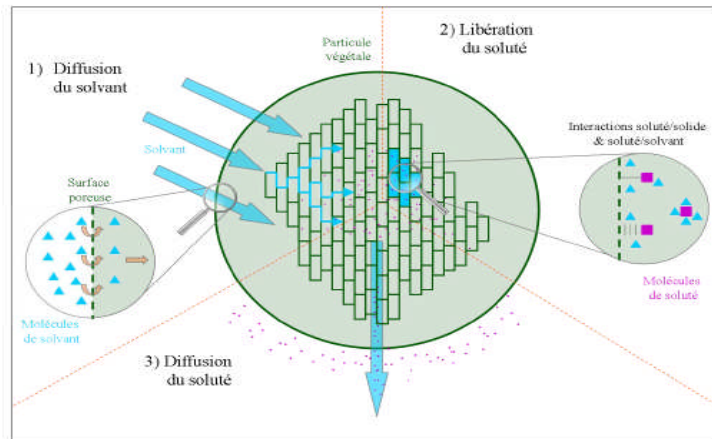
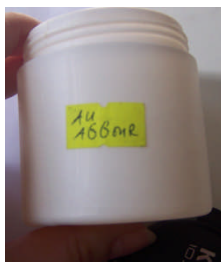


Fig.22 : Schéma des trois étapes élémentaires de l'extraction solide/liquide par un solvant dans un solide végétal (CHEMAT, 2011)

- Quatre pesées de 50mg pour chaque échantillon (aubier, duramen de bois et de roseau) sont préparées à l'aide d'une balance à 0,0001de précision.



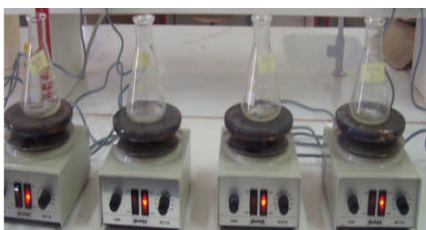
(a) : Flacon de poudre



(b) : Balance « Précisa »

Fig.23 : Préparation de la pesée (Originale, 2015)

- Par la suite, on ajoute 10ml de méthanol pour chaque pesée à 80% (80% de méthanol+20% d'eau distillée). Ces dernières sont mises sous agitation pendant 30, 60, 90, e120 mn, puis filtrées et récupérées dans un erlenmeyer fermé.



(a) : Agitateurs « HEIDOLPH MOTOR »



(b) : Filtrats dans un erlenmeyer

Fig.24 : Préparation des filtrats (Originale, 2015).

3. Dosage des polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols a été effectué à l'aide d'un spectrophotomètre à UV visible à une longueur d'onde de 760nm, au niveau de laboratoire de chimie de département de biologie 'SNV' de la faculté des sciences biologiques et agronomiques à TAMDA de U.M.M.T.O.

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

3.1. Principe

Les polyphénols sont dosés par la méthode colorimétrique en utilisant le réactif Folin-Ciocalteu, en se basant sur une gamme étalon (CHARRIER, 2008).

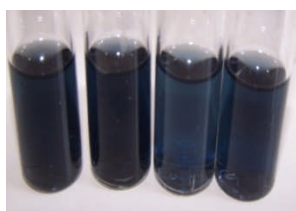
- On mélange 0.5ml de la solution à doser ou du filtrat avec 2.5ml de réactif F.C.
- Après 1 mn de contact du Folin avec le filtrat, on ajoute 2ml de carbonate de sodium (NaCO_3) à concentration 74g/L, puis on met chaque mélange dans un tube à essai.
- On met les tubes à essai dans le bain marie à température $T = 50^\circ\text{C}$ pendant 5mn.
- On mesure ensuite l'absorbance de chaque échantillon à 760nm.



(a) : Ajout de F.C + NaCO_3

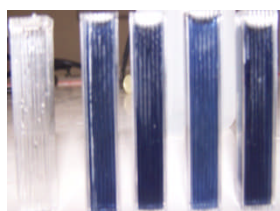


(b) : Bain marie « MEMMERT »



(c) : Tubes à essai

A la sortie de bain



(d) : Cellule en plastique

remplie de la solution



(e) : Spectrophotomètre

« HELIOSEPSILON »

Fig. 25 : Schéma de dosage des polyphénols (Originale, 2015)

3.2. Courbe d'étalonnage

- On pèse 0.5g de l'acide gallique, on le dissout dans un litre d'eau distillée ;
- En suite, il s'agit de préparer quatre solutions filles de concentration de 0.06, 0.12, 0.20 et 0.28 g/l à partir de la solution mère (acide gallique à 0.5g/L).

3.3. Expression des résultats

Les résultats sont exprimés sous forme d'une courbe d'étalonnage (Annexe : 03), qui correspond à différentes concentrations connues de l'acide gallique en fonction des densités optiques lues au spectrophotomètre.

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

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

C : Concentration en équivalent acide gallique (g/l) ;

V : Volume de la solution (0.5ml) ;

m : Poids de l'échantillon à l'état frais (0.05g).

4.2. Mesure de taux de cendres

Le taux de cendres est le résidu en sels minéraux et en matières inorganiques obtenu après combustion de la fibre à température égale à $575 \pm 25^\circ\text{C}$ (JEBRANE, 2009).

4.2.1. Mode opératoire

- On pèse les creusets à vide.
- On prend « 1g » pour chaque échantillon et on l'additionne avec le poids de creuset.
- On met l'ensemble dans l'étuve à une température de 500°C pendant 3heures et demie (les 30 minutes c'est la durée que prend le matériel pour atteindre la température voulue).
- En suite, on met les échantillons dans le cristalliseur qui contient de la silice.
- On repese alors les creusets pour déduire le poids des cendres (matière minérale).



(a) : Creuset à vide



(b) : Echantillons



(c) : Balance « Précisa »



(d) : Étuve



(e) : Cristallisateur

Fig. 26: Différentes étapes de mesure de taux de cendre (Originale, 2015)

4.2.2. Expression des résultats

Pour calculer la teneur en cendres on a utilisé la formule suivante :

$$W = (m_1 - m_2 / m_0) * 100$$

W : Teneur en cendres (g).

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

m₂ : Poids de creuset vide (g).

m₀ : Prise d'essai (1g).

4.3. Analyse par spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF)

4.3.1. Définition

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse physique rapide, simple à mettre en œuvre et ne nécessite que peu de quantité de matière à analyser. Elle est basée sur les transitions entre les états vibrationnels et rotationnels d'une molécule (KACURAKOVA *et al.*, 2000).

4.3.2. Principe

L'analyse est effectuée sur la poudre (bois, roseau) et le KBr, broyés très finement, puis pressés pour faire une pastille qui est fixée sur le porte-échantillon de la machine. Le rayonnement infrarouge traverse cette pastille, récupéré puis analysé de l'autre côté. L'interféro-gramme obtenu, qui mesure l'intensité en fonction du déphasage « Blanc », donne alors le spectre d'absorption par transformée de Fourier (LETELLIER, 2012).

1) Préparation des pastilles

La préparation des pastilles nécessite les étapes suivantes :

- Broyer très finement les poudres avec le mortier et pilon en agate ;
- Peser 3 mg de poudre et 150 mg de KBr (2% de poudre de bois), préalablement séchées à l'étuve ;
- Monter le système de la presse et verser les poudres dans les cylindres ;
- Mettre sous pression jusqu'à environ 62 bars et attendre quelques minutes ;
- Retirer délicatement la pastille sans la toucher avec les mains.



(a) : Broyage des poudres dans le mortier en agate



(b) : Cylindre où l'on verse la poudre



(c) : Pastilles

Fig.27 : Montage d'analyse par spectroscopie (IRTF) (LETELLIER, 2012)

2) Analyse des pastilles

Pour analyser les pastilles préparées, les étapes suivantes sont nécessaires :

- Ouvrir le capot de la machine, prendre le porte-échantillon et le refermer ;
- Mettre la pastille sur le porte-échantillon et le remettre dans la machine ;
- Vérifier que le nombre de scans est à 50 et la résolution à 1 puis lancer l'analyse.



Fig. 28 : Spectromètre infrarouge de Fourier (LETELLIER, 2012).

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

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



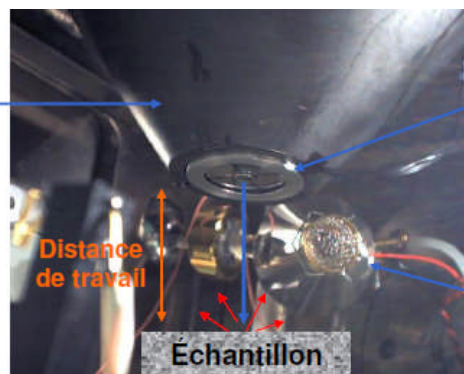
Fig.29 : MEB « PHILIPS XL 20 »

4.4.1. Principe

Le microscope électronique à balayage n'est pas proprement dit un microscope conventionnel dans le sens optique du terme. En effet, il n'y a pas formation d'une image par une lentille objective comme cela est le cas en microscopie optique et en microscopie électronique en transmission, mais l'image est formée de manière séquentielle en balayant la surface de l'échantillon et en recueillant les particules émises. Suivant le type de particules détectées le microscope électronique à balayage fournit des images différentes dont les informations peuvent être complémentaires (NANCY, 2009).

• Détecteurs

Lentille objectif



Détecteur à semi-conducteur
(au-dessus de l'échantillon)

Compteur à scintillation
(à côté de l'échantillon)

Échantillon

Distance
de travail

Fig.30 : Principe de microscope électronique à balayage (NANCY, 2009)

4.4.2. Mode opératoire

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

Dans un premier temps, l'échantillon à analyser est collé sur un porte échantillon en métal et de forme circulaire, adaptable au porte-objet du microscope. Le dispositif contenant l'échantillon est placé dans la chambre intérieure du microscope et peut être déplacé à l'aide de verniers, permettant de réaliser le balayage. L'échantillon ne passe pas par une métallisation préalable, car le microscope possède une caractéristique de pression contrôlée ainsi un détecteur d'électrons rétrodiffusées produit des électrons primaires à partir d'un filament de tungstène chauffé à 2700 k°. Les micrographies obtenues permettent d'observer la microstructure de la surface de l'échantillon (**BENYOUCEF *et al.*, 2014**).

5. Analyse statistique

Touts les calculs de moyennes ont été effectués au moyen du logiciel **Microsoft Office Excel 2007** de Microsoft® sur Windows®.

Toutes les valeurs (résultats) numériques de l'analyse par spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF) transformées en spectre ont été faites à l'aide de logiciel « **ORIGIN®8**», **The Data Analysis and Graphing Workspace, (2007)**.

Chapitre IV

Chapitre IV

Résultats et discussion

1. Détermination de la teneur en composés phénoliques par spectroscopie à UV

1.1. Taux de polyphénols dans l'aubier et le duramen de bois de chêne zéen

Une des originalités majeures des végétaux réside dans leur capacité à produire des substances naturelles très diversifiées (MACHEIX *et al.*, 2005). Les métabolites secondaires appartiennent à ces groupes chimiques, sont les alcaloïdes, les terpènes, les composés phénoliques, etc... (MAROUF, 2000; MACHEIX *et al.*, 2005).

Les résultats (Fig.31), montrent une variation de la teneur en polyphénols selon l'endroit de l'extraction et la station. Celle-ci est représentée dans l'histogramme suivant :

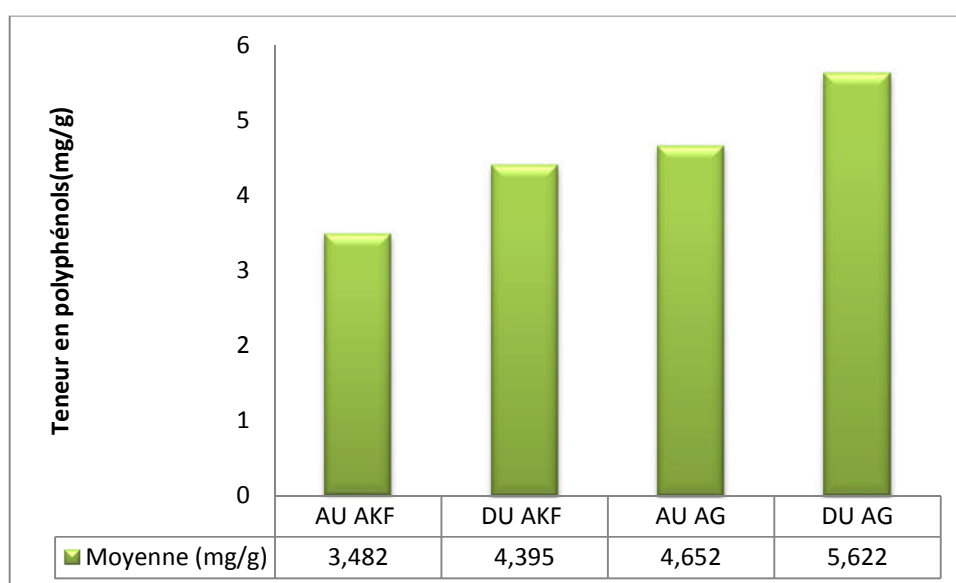


Fig.31 : Les valeurs moyennes de la teneur en phénols totaux dans l'aubier et le duramen.

D'après ces résultats, on remarque que la teneur en polyphénols dans le duramen et l'aubier d'Akfadou (4.395 mg/g, 3.482mg/g) est inférieure à celle de la station d'Agoulmime (5,622 mg/g, 4,652mg/g), et il est également plus élevé dans le duramen que dans l'aubier pour les deux stations précitées.

Les résultats obtenus peuvent être expliqués par l'effet de l'endroit où ils ont été extraits, en effet, le bois de chêne possède une partie active la plus externe, appelée aubier pauvre en composés phénoliques. Ces derniers s'accumulent lors du processus de duraminisation qui est un processus actif entrepris par l'arbre afin d'augmenter la durabilité de son bois et la formation du bois parfait.

La duraminisation est accompagnée de la sécrétion des phénols oxydés qui sont souvent à l'origine de la pigmentation du bois. Au cours de cette étape, l'aubier perd sa fonction pour devenir un simple tissu de soutien de l'ensemble de l'arbre, contre son poids et les forces extérieures (vent) et la réserve des substances nutritives comme l'amidon. Lors des années successives, le duramen continue son évolution (vieillissement du bois), au cours de cette seconde étape les composés phénoliques s'insolubilisent partiellement et le bois prend une couleur sombre (STEVANOVIC *et al.*, 2009).

De plus, la teneur en polyphénols augmente progressivement de la moelle vers la périphérie du bois du cœur, aussi bien pour le duramen foncé que pour les pâles. Comme le duramen a la forme conique du tronc, le diamètre du duramen diminue quant la hauteur augmente, de même que la teneur en d'autres extractibles. L'âge de l'arbre joue également un rôle, en effet, une teneur inférieure dans le bois de cœur des arbres plus jeunes (bois juvénile) est souvent à la base de leurs moindres durabilités et leur sensibilité à la discoloration et à la pourriture (STEVANOVIC *et al.*, 2009).

Les essences contenant beaucoup de polyphénols forment la lignine, qui est essentiellement formée d'unités phénoliques de nature aromatique qui rend la lignine hydrophobe. La structure tridimensionnelle donne le maximum de durabilité et de rigidité. Les feuillus dont le bois de cœur est coloré contient un taux élevé de polyphénols (genres : *Quercus*, *Castanea*,...), est riche en lignines (environ 25-30% du poids du bois sec) (NONIER, 2007).

Une différence d'altitude des deux stations d'étude, peut également influencer sur le taux de phénols, en effet, l'altitude de la station d'Agoulmime Aberkane est de (1457m), plus haute que la station d'Akfadou (777m) pour cela la teneur en polyphénols d'Agoulmime Aberkane est supérieure à celle d'Akfadou. On déduit que la variable altitude est un facteur prépondérant et très important pour la qualité du bois, plus l'altitude est haute plus la teneur en polyphénols est grande.

1.2.Taux de polyphénols dans le bois de chêne zéen et de roseau commun

Il est possible d'identifier le matériel végétal en effectuant une séparation chromatographique de ses extractibles et d'établir leur motif caractéristique pour ; une famille, un genre, une espèce... (STEVANOVIC *et al.*, 2009).

Les résultats obtenus (Fig.32) montrent une grande différence de la teneur en polyphénols selon l'espèce végétale étudiée. Ceux-ci sont représentés dans l'histogramme suivant :

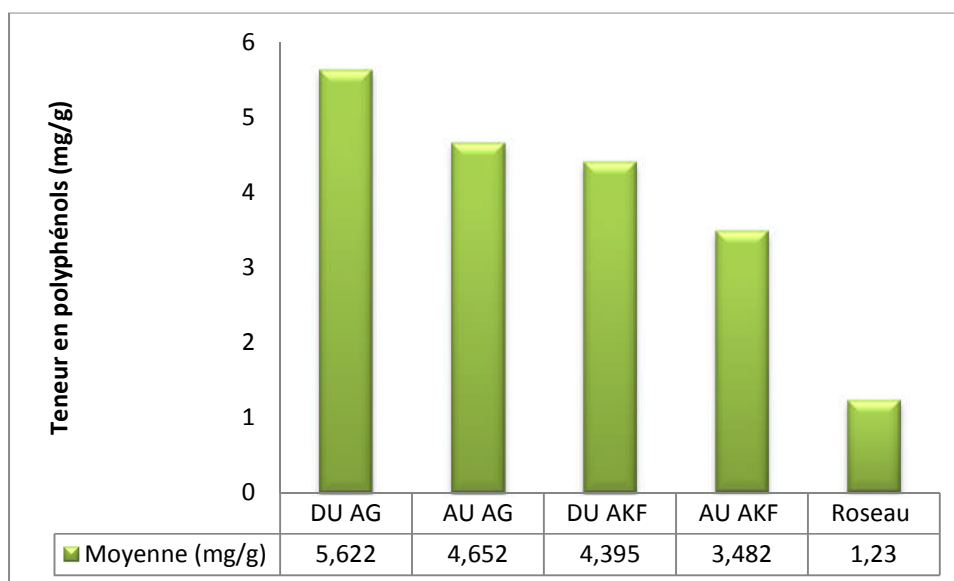


Fig.32 : Les valeurs moyennes de la teneur en phénols totaux dans le chêne zéen et de roseau

On remarque deux espèces végétales différentes, le chêne zéen (Angiospermes, Dicotylédones) et un roseau commun (graminée, plante annuelle), et que la teneur en polyphénols dans le chêne zéen (duramen et l'aubier) des deux stations est nettement supérieure à celle du roseau commun (1.230mg/g).

Les différentes teneurs en polyphénols des espèces végétales étudiées résultent de l'effet d'un certain nombre de facteurs dont la nature de l'espèce végétale est le facteur prépondérant.

Les travaux de **SABRINE, (2011)** sur l'Alfa (2.80mg/g) sont proches de nos résultats obtenus sur le roseau commun, car elles sont toutes les deux des plantes annuelles.

MACHEIX et al., (1990) ont rapporté que le patrimoine génétique joue un rôle important dans la variation de la teneur en composés phénoliques, cependant, la

concentration des polyphénols est très variable de l'état de la maturité de l'espèce, de l'organe de provenance, d'une espèce à une autre et d'une variété à une autre.

Selon **HARRIS, (1977)**, les facteurs climatiques et environnementaux peuvent influencer sur le taux de composés phénoliques comme: la lumière, les précipitations, la topographie, la saison et le type de sols.

D'autres facteurs peuvent influencer la teneur en polyphénols et aussi expliquent les variations observés au sein de deux espèces végétales étudiées :

- L'extraction des composés phénoliques à partir des plantes est influencée par leur nature chimique, la méthode d'extraction employée, la durée et les conditions de stockage ainsi que la présence des substances interférentes, différents solvants peuvent être utilisés tels que le méthanol, l'éthanol, l'acétone, le propanol, l'acétate d'éthyle, l'eau....etc (**NACZK et al., 2006**).
- La méthode d'extraction menée à température ambiante permet d'extraire le maximum de composés et de prévenir leur dénaturation ou modification probable dues aux températures élevées utilisées dans d'autres méthodes d'extraction (**LEE et al., 2003**).

2. Taux de cendres

Les composés minéraux du bois sont entièrement contenus dans les cendres. Bien que le pourcentage de ces constituants soit faible (<1 % de la masse sèche), ils sont cependant indispensables à la croissance de l'arbre. Les composés minéraux les plus abondants sont le phosphore, calcium, le potassium et le magnésium (**TINGAUT, 2006**).

Le taux de cendres permet de connaître la part de matière organique et la part minérale qui entre dans la composition de matériel végétal, il doit être le plus bas possible.

Les résultats obtenus (Fig.33) montrent une différence de taux de cendres selon l'endroit d'extraction et la nature de l'espèce végétale. Ceux-ci sont représentés dans la figure suivante :

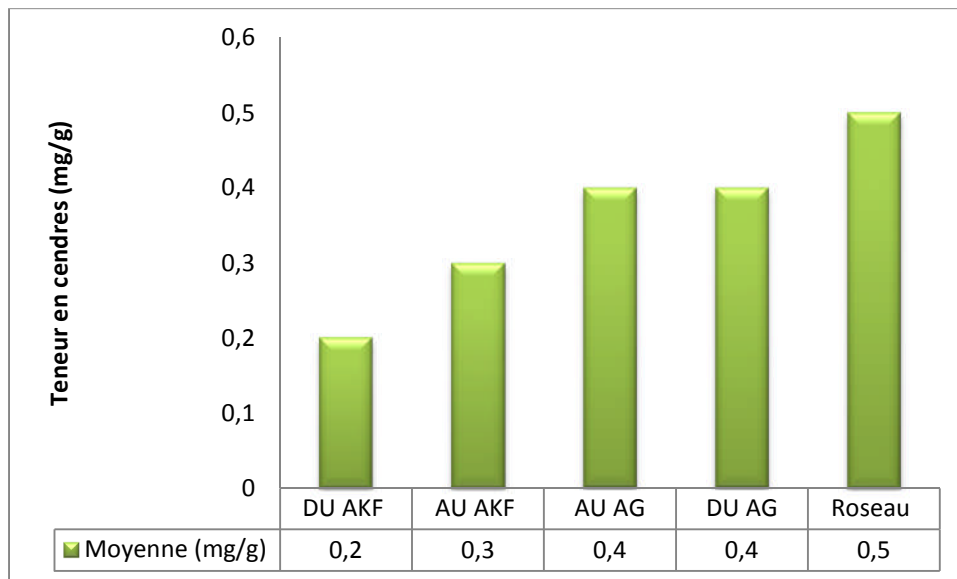


Fig. 33 : Les valeurs moyennes de la teneur en cendres dans le chêne zéen et le roseau commun

On constate que le taux de cendres de duramen de la région de l'Akfadou est inférieur à celui d'Agoulmime avec des valeurs de 0.2 mg/g, 0.4mg/g respectivement, et que l'aubier d'Agoulmime (0,4mg/g) se révèle supérieur à celui d'Akfadou (0,3mg/g), cependant, les valeurs de roseau sont nettement supérieures par rapport à l'aubier et le duramen des deux stations, avec une moyenne de 0.5mg/g.

Après la combustion de bois et de roseau commun, on a constaté que la matière organique a totalement disparue, il n'a resté que la matière minérale (cendres) et que sa quantité diffère d'un échantillon à un autre, et d'une espèce à une autre.

D'après nos résultats, le duramen et l'aubier de bois du chêne zéen prélevés au niveau de la station d'Akfadou (777m) sont pauvres en matière minérale, cependant, les prélèvements opérés dans la station d'Agoulmime (1457m) sont riches en matière minérale, cela serait dû à la proximité de cette station (Agoulmime), des zones urbaines où les effets anthropiques (déchets et incendies), agissent sur la composition du sol en matière minérale.

Les résultats obtenus pour le roseau commun de la région 'AKOURENE' (Tifrit Ath El Hadj), sont plutôt plus importants par rapport au chêne zéen, cela peut être expliqué par la région de provenance et le type du sol où elle est implantée, en effet, cette espèce tolère aux plusieurs types de sols riches en matières minérales, elle préfère les milieux humides d'eau douce ou salée (marais, fossés de drainage, rives de rivières ou de lac...), on la trouve parfois dans des écosystèmes plus secs (milieux forestiers, sablonneux et rocailleux...), ainsi que la propagation de la plante est largement associée à l'activité anthropique (MAL *et al.*, 2004).

3. Analyse par spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une technique vibrationnelle qui permet de mettre en évidence et de caractériser les liaisons chimiques à l'intérieur d'un matériau.

3.1. Spectre IR pour l'aubier et le duramen de chêne zéen de deux stations étudiées

Les bandes des vibrations caractéristiques ont été attribuées en accord avec les données de la littérature (TOLVAJ et FAIX, 1995 ; ZANG et KAMDEM, 2000 ; PANDEY et PITMAN, 2003), elles sont résumées dans les tableaux III et IV en Annexes.

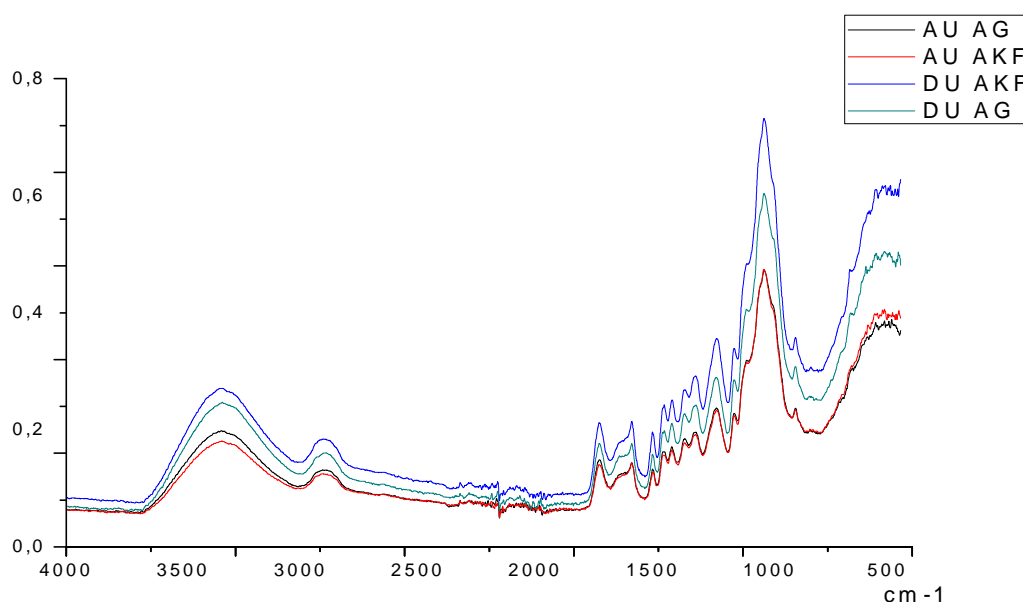


Fig. 34 : Spectre IR de duramen et aubier de chêne zéen (*Quercus canariensis* Willd.).

On observe une large bande à 3422-3175 cm^{-1} , qui est due principalement aux groupements OH caractéristiques des hémicellulose et de la lignine et un pic 2924 cm^{-1} correspond aux polysaccharides. Des groupements carbonyle C=O de longueur d'onde de 1737 cm^{-1} traduit l'existence de l'acétyle et acides carboxyliques et/ou des esters des xylanes présents dans les lignines et hémicelluloses. On observe également la présence d'un pic à 1655 cm^{-1} correspond à des cétones conjuguées, la bande 1490-1426 cm^{-1} est signe de l'existence d'hémicellulose, et la bande 1317-1267 cm^{-1} est attribuée à la vibration (C-O) des groupements méthoxy de la lignine. Une dernière bande de 1160-1057 cm^{-1} correspond aux vibrations de valence des liaisons C-O et C-O-C, 806 cm^{-1} est attribuée au groupement C-H de noyau aromatique de la lignine, tandis que le pic de longueur d'onde de 668 cm^{-1} correspond à la cellulose.

3.2.Spectre IR pour le roseau commun

On s'intéresse tout particulièrement à la bande vers 3500-3000 cm^{-1} correspond à la liaison O-H présents principalement dans les lignines et hémicelluloses.

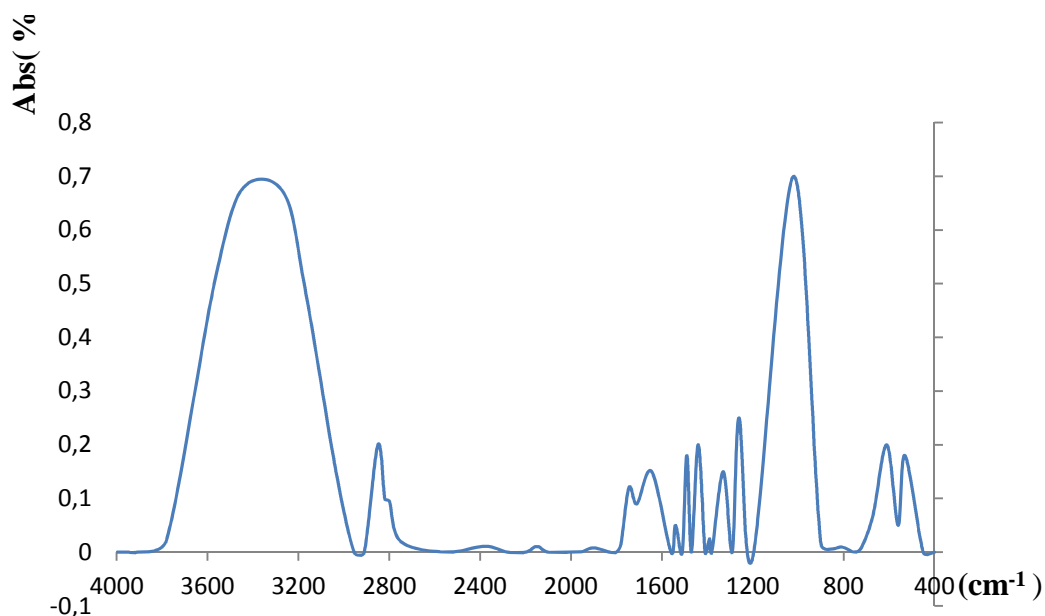


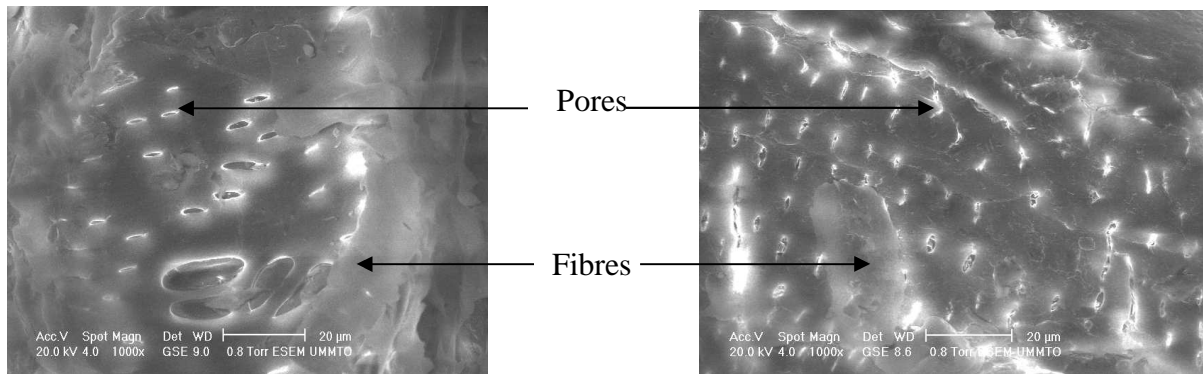
Fig. 35 : Spectre infrarouge de roseau commun (*Phragmites australis*).

D'après les études précédentes, on observe une légère diminution des intensités des bandes et les pics d'absorption sur les spectres correspondants au roseau commun comparé à ceux de chêne zéen.

Le spectre infrarouge présente une première série de bandes communes à de nombreuses structures phénoliques : 3600-3125 (élongation des O-H dans les fonctions alcools et phénols) qui correspond à la lignine, 3000-2800 cm^{-1} (élongation des C-H aliphatique et aromatique dans les groupements méthyle et méthylène). Puis une deuxième série de bandes caractéristiques des hémicellulose: 1630-1580 (vibration du squelette aromatique et élongation des C=O), 1505-1480 (déformation des C-H dans les groupes- CH₂ et-CH₃). Enfin, une troisième série de bandes caractéristique de cellulose: 1328-1320 (élongation des O-H et C-O dans les alcools tertiaires), 1038-945 cm^{-1} (déformation des C-O dans les alcools primaires et déformation des C=O non conjugués), 670 cm^{-1} de déformation C-OH.

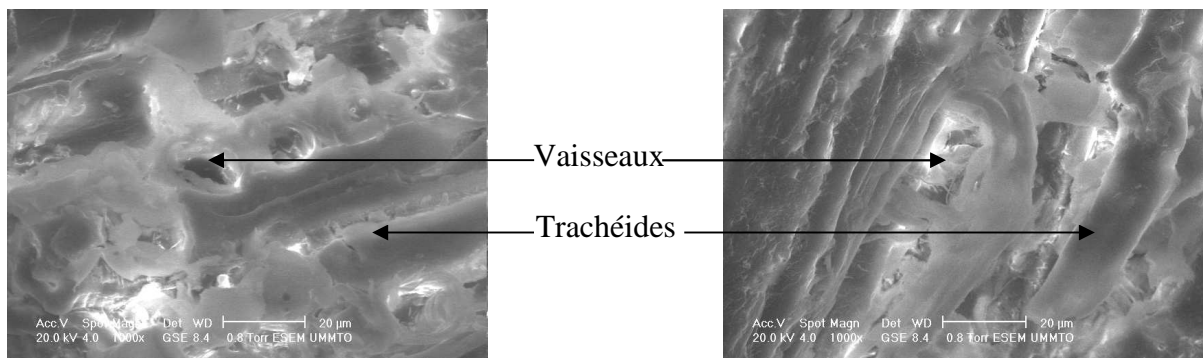
4. Analyse de morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) a été utilisée pour décrire la microstructure de la surface des échantillons (Fig.36), afin d'améliorer les connaissances anatomiques de chêne zéen et de roseau commun et de faciliter leur identification.



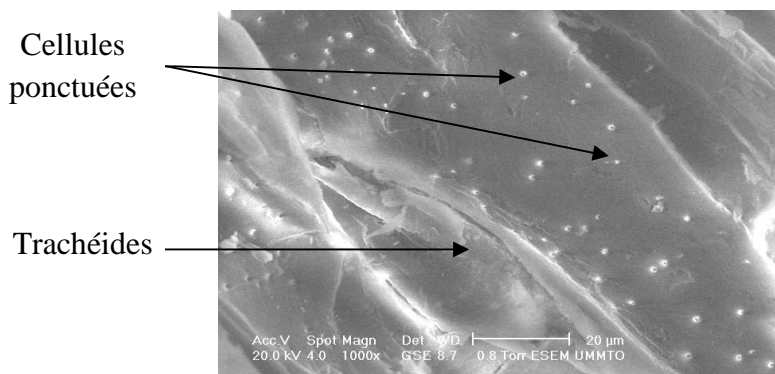
(a) : Duramen Agoulmime

(b) : Duramen Akfadou



(b) : Aubier Agoulmime

(c) : Aubier Akfadou



(e) : Roseau commun

Fig. 36: Micrographies MEB : duramen, aubier et roseau commun

Grossissement 1000 x (Originale, 2015).

En vue macroscopique, le bois de chêne zéen présente de gros rayons ligneux multi-sériés et de petits rayons unisériés. La zone de bois initial (aubier) se caractérise par de gros vaisseaux alignés en bandes tangentiels et isolés les uns des autres. En revanche, le bois final (duramen) est formé de vaisseaux nettement plus petits et de taille variable. Les fibres sont très nombreuses dans le bois final, irrégulièrement réparties et à trajet rectiligne-oblique (AMEELS, 1989 ; HADDAD, 1990).

La micrographie électronique à balayage (MEB) de bois de chêne zéen et de roseau commun, nous montre la présence des cellules ayant des ponctuations simples, et des fibres très abondantes en bandes irrégulières, caractérisées par des parois très épaisses.

Les figures (a) et (b), de duramen montrent que les cellules de duramen ont l'air compacté surtout au niveau des fibres. Les vaisseaux semblent étirés dans le sens radial et possèdent une quantité de thylls qui semblent très ramifiés et désordonnés. Elles révèlent une surface extérieure plus ou moins irrégulière et de structure hétérogène.

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

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

Les pores de l'aubier dont de forme ronde ou ovale, de taille variable forment une à deux rangés en bandes tangentiels.

La micrographie globale de l'échantillon de roseau commun, illustrée dans la figure Fig.36 : (e), montre un réarrangement des trachéides longitudinales en structure uniforme et de disposition étagée. La structure poreuse est apparente sur la surface. Des micropores cachés ont été également exposés dans les parois de cavités longitudinales.

Conclusion générale

Au terme de ce travail consacré à une caractérisation chimique du bois de chêne zéen (*Quercus canariensis* Willd.) et de roseau commun (*Phragmites australis*), par un examen de la variabilité stationnelle de leurs teneur en polyphénols et en matière minérale, nous pouvons rendre compte des différents résultats acquis au cours de cette étude.

L'aubier a une teneur faible en composés phénoliques par rapport au duramen avec des moyennes de 3.482% et 4.395% respectivement pour la région de l'Akfadou, quand au duramen de la région d'Agoulmime, il est caractérisé par un taux important en polyphénols par rapport à son aubier avec des teneurs de 5.622%, 4.395% respectivement, cependant pour le roseau commun, le taux de polyphénols reste bas avec une valeur de 1.23%.

Notre expérimentation a révélée que le taux de cendres était plus faible dans le bois de chêne zéen dans la région d'Akfadou par rapport à Agoulmime, ainsi que pour le roseau commun qui a une valeur de 28%.

La bande d'absorption caractéristique des phénols « 3300cm⁻¹ », était large dans la région d'Agoulmime que celle de la région de l'Akfadou, elle est également plus large dans le bois de chêne zéen que dans le roseau commun.

Grâce à sa grande durabilité à long terme, le bois de chêne zéen de l'espèce *Quercus canariensis* Willd, peut être alors valorisé dans le marché du bois national et même international, ceci est dû aux taux élevé des composés phénoliques (lignine).

En perspective, il serait très intéressant de poursuivre cette étude, dans la région d'Akfadou, en analysant l'influence des facteurs climatiques et édaphiques, ainsi que l'effet du patrimoine génétique sur la qualité du bois.

Il sera aussi préférable d'élargir l'échantillonnage à un nombre d'arbres plus important à travers plusieurs populations et dans divers bioclimats et étages végétatifs, ce qui nécessitera un investissement scientifique et matériel considérable.

Il serait nécessaire d'élaborer une caractérisation mécanique, morphologique et anatomique, et d'initier une étude sur la stabilité thermique, une RMN, et la mesure de la durabilité naturelle vis-à-vis des champignons lignivores avec la mesure de cette dernière par infrarouge proche afin d'obtenir une fiche technique.

Références bibliographiques

- ♣ **AMEELS. M., (1989) :** Etude des propriétés technologiques et anatomique de *Quercus Canariensis* Willd dans les massifs forestiers de l'Akfadou et de Béni- Ghobri en Algérie. Mém, ing. Univ. Louvin. Belgique. 127p.
- ♣ **ARRAMON. G., (2001) :** Les triterpènes et lignanes des bois de chêne Européen *Quercus robur* L. et *Quercus petraea* Liebl. Quantification et apports qualitatifs aux eaux de vie d'armagnac. Doctorant, Université de Bordeaux 2, Bordeaux.

- ♣ **BELOVA. M., (1993):** Microbial decomposition of freshwater macrophytes in the littoral zone of lakes. *Hydrobiologia* 251:59-64.
- ♣ **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.
- ♣ **BERRICHI. M., (1993) :** Contribution à l'étude de la population et de la qualité de bois de trois espèces du genre *Quercus* : *Q. retundifolia* Lank, *Q. suber* L et *Q. fagina* Lamk. Cas des monts de Telmcen. Thèse Mag. Sci. Agr., INA, El Harach, Alger, 177p.
- ♣ **BRUNETON. J., (1993) :** Pharmacognosie : Phytochimie, Plantes médicinales. 2ème édition, Lavoisier Techniques et Documentation, Paris.
- ♣ **BROUILLARD R., (1986):** The flavonoids Advances. In: research since 1993. Harborne J B, Chapman and Hall, London. 525-538p.

- ♣ **CHARRIER. B., CHARRIER F., (2008) :** Fascicule de TP : filière « biologie et chimie des matériaux », IUT de Mont de Marsan .3p.
- ♣ **CHEMAT.F., (2011) :** Eco-extraction du végétal. Procédés innovants et solvants alternatifs. *Dunod*, Paris, 322p.
- ♣ **COUHERT C., (2007) :** Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse'', Thès. Doct. Ecol. des Mines de Paris Energétique.
- ♣ **COWAN. M.M., (1999):** Plant Products as Antimicrobial Agents. *Clin. Microbiol Re*, 12 (4): 564- 582p.
- ♣ **CROZIER. A., CLIFFORD, M.N., ASHIHARA, H., (2006):** Plant Secondary Metabolites: Occurrence, Structure and Role in the Human Diet. Edt Blackwell Publishing Ltd.

- ♣ **DAVID. S., (2007) :** Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite; Thès. Doct. Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges.
- ♣ **EN 350-1., (1994) :** Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Durabilité naturelle du bois massif - Partie 1 : guide des principes d'essai et de classification de la durabilité naturelle du bois.

- ♣ **FAO ; (2006) :** Evaluation des ressources forestières mondiales 2005, Rome, 310p.

- ♣ **GOVIN. A., (2004)** : Aspect physico-chimique de l'interaction bois-ciment, modification de l'hydrations du ciment par le bois. Thès. doct. Ecole nationale supérieure des Mines des Saint Etienne : Génie des procédés.202p.
- ♣ **GW MCGRAW., (1992)**: Plant Polyphenols, RW Hemingway, PE Laks, Plenum Press, New York.
- ♣ **HADAD. A., (1990)** : Contribution à l'étude botanique et anatomique de quelques espèces de feuillus autochtones *Tremula L*, *Fraxinus oxyphyla. Bieb*, *Quercus miberckii*. Dur. Thés. Ing.INA.
- ♣ **HAMMICHE.A., (1990)** : Contribution à l'étude anatomique de quelques espèces des familles des fagacées et salicacées. Thès. Mag. I.N.A., El-Harrach, Alger. 121p.
- ♣ **HARA. T., VAN DER TOORN. J. MOOK. H., (1993)**: Growth dynamics and size structure of shoots of *Phragmites australis*, a clonal plant. *Journal of Ecology* 81:47-60.
- ♣ **HARRIS. R., KARMAS. E., (1977)**: Nutritional evaluation of food processing , 3rdEd. The Avi Publishing company Inc, New York. 612p
- ♣ **HARBONE. J., (1993)**: Introduction to Ecological Biochemistry, 4th Ed; Academic Press: London.
- ♣ **HAROUNI. F, OUDNIR., (1991)** : Application de l'analyse multifactorielle à la variabilité morphologique des populations de chêne zéen (*Quercus fagineaLamk. S.L*) et du chêne vert (*Quercus rotundifolia. Lamk*). 505p.
- ♣ **HASLAM. S., (1972)** : *Phragmites communis* Trin. (*Arundo phragmites L., Phragmites australis* (Cav.) Trin. ex Steudel). *Journal of Ecology*, **60**, 585- 609.
- ♣ **HENNEBELLE. T., SAHPAZ. S., BAILLEUL. F., (2004)** : Polyphénols végétaux, sources, utilisations et potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. *Phytothérapie*, 1: 3.
- ♣ **JACQUAUIOTC.M., (1973)** : Atlas d'anatomie des bois des Angiospermes (essences feuillus). T1. Centre technique du bois, Paris 175p.
- ♣ **JEBRANE. A., (2009)** : Fonctionnalisation chimique du bois par transesterification des esters d'enol, thèse de doctorat, université Bordeaux I,1- 125p.
- ♣ **JODOIN.Y., LAVOIE, C., VILLENEUVE, P., THÉRIAULT, M., BEAULIEU, J., BELZILE.F., (2008)**: Highways as corridors and habitats for the invasive common reed *Phragmites australis* in Quebec, Canada. *Journal of Applied Ecology*, **45**, 459-466.
- ♣ **JOUANIN.L., (2010)** : , Biologie moléculaire de la lignification, l'art de faire des lignines à façon, Académie d'Agriculture de France.
- ♣ **KACURAKOVA .M., CAPEK P., SASINKOVA V., WELLNER N., (2000)**: Ebringerova A., FT-IR study of plant cell wall model compounds: pectic polysaccharides and hemicelluloses, *Carbohydrate Polymers*, 43, 195-203.
- ♣ **KILMARTIN. P.A., ZOU.H. WATERHOUSE. A.L., (2001)**: *A Cyclic Voltammetry Method Suitable for Characterizing Antioxidant Properties of Wine and Wine Phenolics*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49, 1957-1965.
- ♣ **LAVOIE. C., JEAN. M, DELISLE.F, LETOURNEAU. G., (2003)**: Exotic plant species of the St Lawrence River wetlands: a spatial and historical analysis. *Journal of Biogeography* 30:537-549.

- ♣ **LAVOIE. C., (2008) :** Le roseau commun (*Phragmites australis*): une menace pour les milieux humides du Québec.
- ♣ **LARIBI. M., (2000) :** Contribution à l'étude phytosociologiques des formations caducifoliés à *Quercus canariensis Willd* et *Quercus afares* Pomel du massif forestier d'Ath Ghobri et Akfadou (Kabylie). Thès. Mag. Uni M. MAMMERI, Tizi-ouzou.
- ♣ **LEE K.W., KIM Y.J., LEE H.J., LEE C.Y. (2003):** Cocoa has more phenolic phytochemicals and a higher antioxidant capacity than teas and red wine. *Food chem.* **51** : 7292-7295.
- ♣ **LELONG. B., LAVOIE, C., JODOIN.Y., BELZILE.F., (2007):** Expansion pathways of the exotic common reed (*Phragmites australis*): a historical and genetic analysis. *Diversity and Distributions* 13:430-437.
- ♣ **LETELLIER.M., FLEURENT D., (2012) :** Caractérisation Chimique, Physique Et Mécanique De Pieux Anciens. Projet de fin d'études Ingénieur 3ème année –Université de LORRAINE.

- ♣ **MACHEIX.J.J., FLEURIET A., BILLOT J., (1990):** Fruit phenolics .boca raton . CRC Press. 378p.
- ♣ **MACHEIX. J.J., FLEURIET A., JAY ALLEMAND. C., (2005):** Les composés phénoliques des végétaux, Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne.
- ♣ **MAIRE.R., (1961) :** Flore de l'Afrique du Nord. Encyclopédie biologique. Vol. 7. Ed. LECHEVALIER. Paris. 80-134p.
- ♣ **MALT.K., NARINE. L., (2004):** The biology of Canadian weeds. 129. *Phragmites australis* (Cav.) Trin. ex Steud. *Canadian Journal of Plant Science*, **84**, 365- 396.
- ♣ **MARIE – FRANÇOISE. N., (2007) :** Recherche sur les macromolécules du bois De chêne de tonnellerie interaction avec les flavan-3-ols des vins et les aldéhydes du bois de chêne. Thès. doct. Université BOURDOUX 1. École doctorale des sciences chimiques. Spécialités chimie organiques.232 p.
- ♣ **MARIKA. T., JAANIS.J. JAAK. T., (2009):** Microbial biomass, activity and community composition in constructed wetlands. *Science of the total environnement*, 407, 3958-3971.
- ♣ **MAAROUF. A (2000) :** Dictionnaire botanique Pp 129.
- ♣ **MASON. C., BRYANT.F.,(1975) :** Production, Nutrient Content and Decomposition of *Phragmites Communis* Trin. and *Typha Angustifolia* L. *The Journal of Ecology* 63:71.
- ♣ **MEDDOUR. R., (1993) :** Analyse phytosociologiques de la chénaie caducifoliée mixte de Tala Kitane (Akfadou, Algérie). *ECO. Médit.* Tome XIX Fasc.3/ 4 .43-51p.

- ♣ **MESSAOUDENE. M., (1989) :** Dendrologie et productivité de *Quercus afares* Pomel et *Quercus canariensis Willd* dans le massif forestiers de l'Akfadou et de Beni-Ghobri en Algérie. Thès Doct en sciences. Uni –Aix Marseille. Fac. St. Jérôme. Marseille, 123 p.
- ♣ **MESSAOUDENE. M., LARIBI M., DERRIDJ A., (2007) :** Etude de la diversité floristique de la forêt d'Akfadou (Algérie). *Bois et Forêt des Tropiques* : N°291(1).75-81p.
- ♣ **MESSAOUDENE. M., TAFER. M., LOUKKAS. A., MARCHAL. R., (2008) :** Bois et forêts des tropiques physiques, N° 298(4), *Wood ressources management Quercus canariensis* .48p.
- ♣ **MEYERSON. L.A., SALTONSTALL. K., WINDHAM. L., KIVIAT. E., FINDLAY. S., (2000):** A comparison of *Phragmites australis* in freshwater and brackish marsh environments in North America. *Wetlands Ecology and Management*, **8**, 89-103.

- ♣ **MCKEY.D. WATERMAN. P.G. GARTLAN.J.S., STRUSHSAKER. T.T.,(1978):** Phenolic content of vegetation in two african rain forests: ecological implications. *Science*. 202: 61 - 64.
- ♣ **MOMPON.B.,LEMAIRE.B.,MENGAL.P.,SURBLED.M.,(1998).**Extraction des polyphénols: du laboratoire à la production industrielle. Ed. INRA, Paris (les Colloques, N° 87).
- ♣ **MOYA. R., CALVO-ALVARADO.J., (2012):**Variation of wood color parameters of *Tectona grandis* and its relationship with physical environmental factors.

- ♣ **NACZK. M., SHAHIDI. F., (2006).** Phenolics in cereals, fruits and vegetables: Occurrence, extraction and analysis. *J. Pharm. and Biomed. Anal.* **43**(2):798.
- ♣ **NANCY.D., (2009) :** Chimie de bois. Xavier DEGLISE. Professeur émérite à Univ-Henri-Poincaré. Past Président de l'Internatinnel Academy of Wood Science.225p.
- ♣ **NAVI.P., HEGER.F., (2005) :** “Comportement thermo-hydrromécanique du bois”, Presses polytechniques et universitaires romandes
- ♣ **NICOLAS. L. M., (2008) :** Mécanismes de gonflement et de dissolution des fibres de cellulose; Thès.doct. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

- ♣ **OSTENDORP.W., (1991):** Damage by episodic flooding to Phragmites reeds in a prealpine lake: proposal of a model. *Oecologia* 86:119-124.

- ♣ **POT.D., (2004) :** Déterminisme génétique de la qualité du bois chez le pin maritime : du phénotype aux gènes. Thèse, ENSA de Rennes, France, 125p.
- ♣ **PITMAN. A.J. (2003).** FTIR studies of the changes in wood chemistry following decay by brown-rot and white rot fungi. *International Biodeterioration and Biodegradation*, 52, 151-160.

- ♣ **QUEZEL.P., (1956) :** Contribution à l'étude des forêts à feuilles caduques d'Algérie. *Mém. Soc. Hist. Nat. Afr. N. 1:* 1- 57p.
- ♣ **QUEZEL.P., BONIN. G.,(1980) :** Les forets feuillus du pourtour méditerranéen : Constitution, écologie, situation actuelle et perspective, *Rev. For. Fr.*, 32(3). 253-268p.
- ♣ **QUEZEL.P., MEDAIL.F., (2003) :** Ecologie et biogéographie des forêts du bassin méditerranéen. Ed. Elsevier SAS. 483p.

- ♣ **RABHI.K., (2011) :** Ajustement de modèles hauteur – circonférence – âge pour le chêne zéen (*Quercus canariensis Willd.*) dans la forêt d'Akfadou (Tizi ousou); effet de la densité et de la station. Thès. Mag en Foresterie. Uni de Telmcen. Fac des sciences de la nature et de la vie, des sciences de la terre et de l'univers.67 p.
- ♣ **ROWELL R.M., YOUNG R.A., ROWELL J.K., (1997):** Paper and composites from agro-based resources, Ed Rowell R.M, Lewis publishers, Boca Raton, USA.
- ♣ **ROY G., SAUVESTY. A., PAGE.F., VAN HULST.R., (2001) :** Etude de quatre érablières du Québec en relation avec le milieu pédologique : I. microrélief, fertilité des sols et dépérissement ; II. Paramètres physiologiques et dépérissement. *Agrosols.*, 12 (1 ; 2) : 4 - 12 ; 13 - 20.

- ♣ **SABRINE.H., (2011)** : Les fibres végétales Tunisiennes : propriétés et applications dans les biocomposites. Mag en chimie industrielle. Univ de Carthage. Institut National des sciences appliqués et de technologie.79p.
- ♣ **SALAMANI. M., (1990)** : Contribution à l'étude de la végétation actuelle et passé (Holocène) du massif de l'Akfadou (Kabylie). Th. Mag. SCI. Nat. Tech. HOUARI BOUMEDIEENNE (USTHB), Alger, 157 p.
- ♣ **SALTONSTALL. K., (2002)**: Cryptic invasion by a non-native genotype of the common reed, *Phragmites australis*, into North America. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America 99:2445.
- ♣ **SHIGO. A.L., HILLIS. W.E., (1973)**: Heartwood, discolored wood, and microorganisms in living trees. *Ann Rev Phytopathol* 11:197-222p.
- ♣ **SHURE D.J., WILSON.L., (1993)** : Patch-site effects on plant phenolics in successional openings of the southern Appalachians. *Ecotogy*. 74 : 55 – 67p.
- ♣ **STEVANOVIC T.J., PERRIN.D., (2009)** : Chimie du bois. 1^{ère} éd., Presses polytechniques et universitaires romandes, ISBN 978-2-88074-799-2.Lausane, Suisse, 241p.

- ♣ **TAFER.M., (2000)** : Etude de la variabilité stationnelle de la qualité du bois de *Quercus canariensis Willd*, dans la forêt domaniale des Beni Ghobri. Thès. Mag Univ. U.M.M.T.O).
- ♣ **TINGAUT. PH., (2006)** : Modification de la structure chimique du bois par des Alcoxysilanes diversement substitués, Thès Doct. Univ Bordeaux. 17-27p.
- ♣ **TOLVAJ. L., FAIX. O. (1995)**. Artificial ageing of wood monitored by DRIFT spectroscopy and CIE Lab color measurements. *Holzforschung*, 49, 397-404.

- ♣ **WATERMANP.G. MOLE.S., (1994)** : Analysis of Phenolic Plant Metabolites. Methods in Ecology, Blackwell Scientific Publications, 238 p.
- ♣ **WOJTERSKI T., (1988)** : Guide de l'excursion internationale de phytosociologie. Algérie du Nord. A.I.E.V.-I.N.A., 274 p.

- ♣ **YAAKOUBI. A., CHAHLAOUI.M., RAHMANI. M., ELYACHIOUL., OULHOTE.Y., (2009)** : Effet de l'épandage des margines sur la microflore du sol. *Agrosolutions*, 20 (1) : 9p.
- ♣ **YAO.L.H. JIANG.Y.M., SHI.J. BARBERAN.F.A. DATTA.N., SINGANUSONG.,R., CHEN. S.S., (2004)**: Flavonoids in Food and their health benefits. *Plant. Food Hum. Nutr*, 59: 113-122p.

- ♣ **ZANG. J., KAMDEM.P.D. (2000)**. FTIR characterization of copper ethanolamine-wood interaction for wood preservation. *Holzforschung*, 54, 119-122p.
- ♣ **ZINE-EL-ABIDINE. A., (1987)** : Application de l'Analyse multidimensionnelle à l'étude taxonomique et phytoécologique du chêne zéen (*Quercus faginea Lamk S.L.*) et de ses peuplements au Maroc. Thèse Doc. Ing. Fac. St Jerome, Univ. Aix. Marseille 3. 120p.

Annexes

❁ Annexe 01 :

Tableau III : Bandes et pics d'absorption des polyphénols dans l'aubier et le duramen

Nombres d'onde cm-1	Attributions	Molécules chimique
3422-3175	O-H	Lignine, Hémicellulose
2924	C-H, CH ₂	Polysaccharides
1737	C=O	Acétyles et acides carboxyliques (xylanes, lignine)
1655	C=O	Cétones conjugués, aryles cétones
1513	C=C	Lignine
1490-1426	C-H	Lignine et polysaccharides
1317- 1267	C-O	Groupe méthoxy de la lignine
1160	C-O-C	Cellulose, hémicellulose
1057	C-O	Polysaccharides
806	C-H	Noyau aromatique de la lignine
668	CO-H	Cellulose

❁ Annexe 02 :

Tableau IV : Bandes et pics d'absorption des polyphénols dans le roseau commun

Pics et bandes (cm-1)	Groupe	Molécules chimique
3600-3125	élongation de la liaison O-H	Lignine
2800-3000	C-H : élongation symétrique	Polysaccharides
1630-1580	Groupe ester C=O (élongation symétrique)	Lignine, hémicellulose
1505-1480	Déformation dans le plan de groupe CH et dans les groupes- CH ₂ et-CH ₃	Lignine, Hémicellulose
1328-1320	élongation des O-H et C-O dans les alcools tertiaires	Hémicellulose, cellulose
1038-945	déformation des C-O dans les alcools primaires et déformation des C=O non conjugués	Cellulose
670	C-OH de déformation	Cellulose

Annexe 03 :

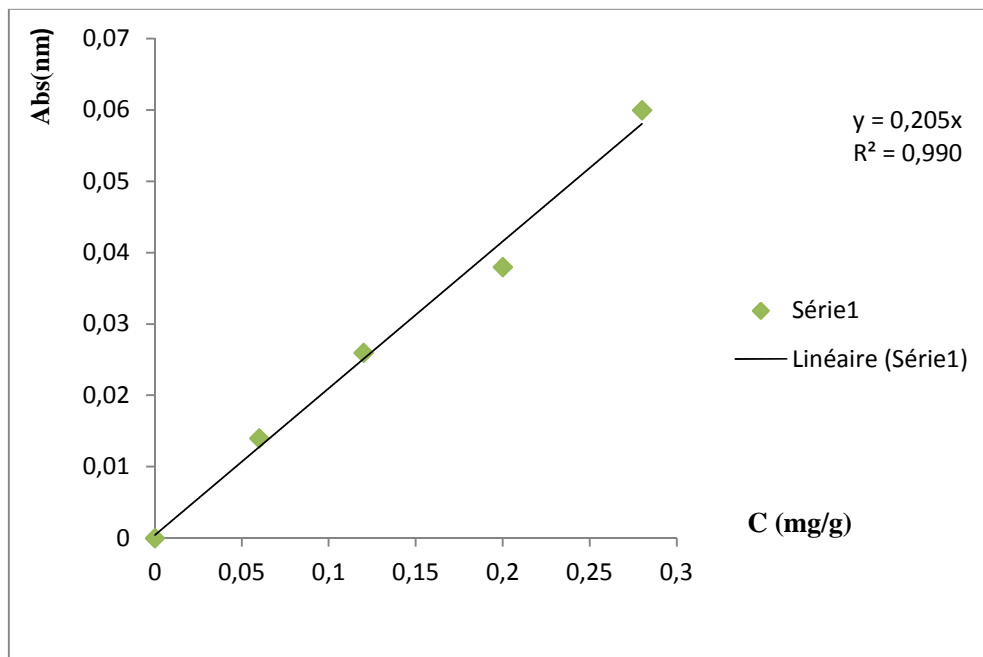


Fig. 27 : Courbe étalon avec l'acide gallique à 0.5g/L

Annexe 04 :

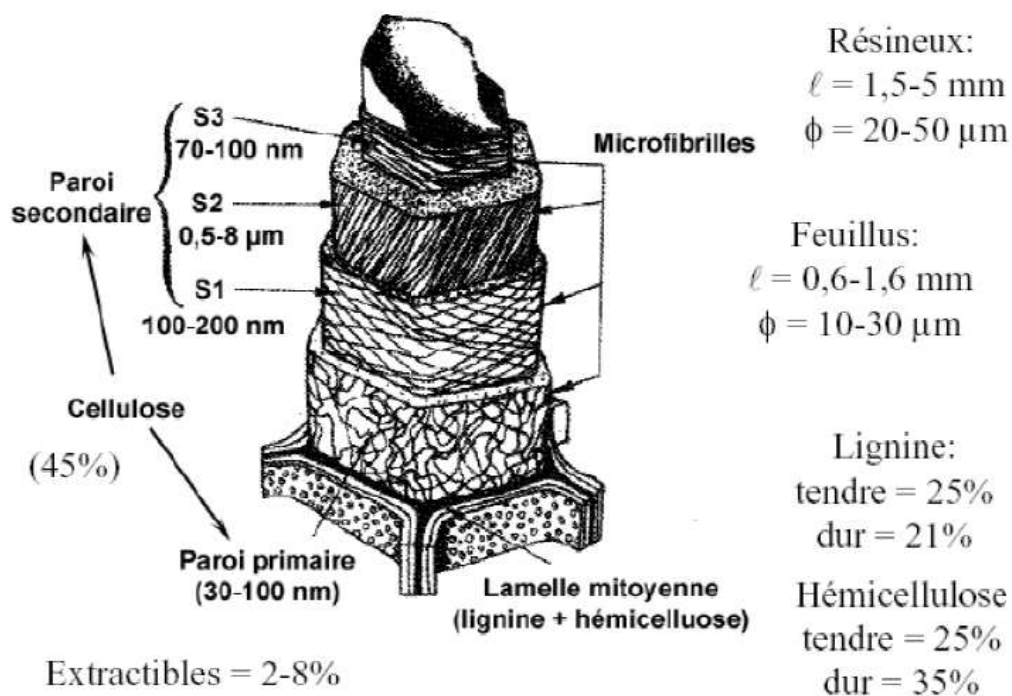


Fig.01 : Structure anatomique d'une fibre de bois (FABIENNE, 2000).

❁ Annexe 05 :

« Normes de durabilité de bois »

NF B 50 - 105.3 : Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Bois massif traité avec produit de préservation - Partie 3 : performances de préservation des bois et attestation de traitement - Adaptation à la France métropolitaine et aux DOM (2008).

EN 335-2 : Durabilité des bois et de matériaux dérivés du bois - Définition des classes de risque d'attaque biologique - Partie 2 : application bois massif (1992).

EN 350-1 : Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Durabilité naturelle du bois massif - Partie 1 : guide des principes d'essai et de classification de la durabilité naturelle du bois (1994).

EN 350-2 : Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Durabilité naturelle du bois massif - Partie 2 : guide de la durabilité naturelle du bois et de l'imprégnabilité d'essences de bois choisies pour leur importance en Europe (1994).

EN 351-1 : Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Bois massif traité avec produit de préservation - Partie 1 : classification des pénétrations et rétentions des produits de préservation (2007).

EN 460 : Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois – Durabilité naturelle du bois massif – Guide d'exigences de durabilité du bois pour son utilisation selon les classes de risque (1994).

EN 599-1 : Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Performances des produits préventifs de préservation du bois établies par des essais biologiques - Partie 1 : spécifications par classe de risque (2007).

EN 20-1 : Produit de préservation du bois - Détermination de l'efficacité protectrice vis-à-vis de *lyctus brunneus* (Stephens) - Partie 1 : application par traitement de surface (méthode de laboratoire) (1992).

EN 20-2 : Produit de préservation du bois - Détermination de l'efficacité protectrice vis-à-vis de *lyctus brunneus* (Stephens) - Partie 2 : application par traitement en profondeur (méthode de laboratoire) (1993).

EN 46-1 : Produits de préservation des bois - Détermination de l'action préventive contre *Hylotrupes bajulus* (Linnaeus) - Partie 1 : effet larvicide (Méthode de laboratoire) (2005).

EN 46-2 : Produits de préservation du bois - Détermination de l'action préventive contre *Hylotrupes bajulus* (Linnaeus) - Partie 2 : effet ovicides (Méthode de laboratoire) (2006).

NF EN 47 : Produits de préservation des bois - Détermination du seuil d'efficacité contre les larves d'*Hylotrupes bajulus* (Linnaeus) - (Méthode de laboratoire) (2005).

NF EN 49-1 : Produits de préservation du bois - Détermination de l'efficacité protectrice vis-à-vis d'*Anobium punctatum* (De Geer) par l'observation de la ponte et du taux de survie des larves - Partie 1: application par traitement de surface (Méthode de laboratoire) (2005).

NF EN 49-2 : Produit de préservation du bois - Détermination de l'efficacité protectrice vis-à-vis d'*Anobium punctatum* (De Geer) par l'observation de la ponte et de la survie des larves - Partie 2 : application par imprégnation (Méthode de laboratoire) (2005).

EN 73 : Produits de préservation des bois - Épreuves de vieillissement accéléré des bois traités avant essais biologiques - Épreuve d'évaporation (1988).

EN 84 : Produits de préservation du bois - Épreuves de vieillissement accéléré des bois traités avant essais biologiques - Épreuve de délavage (1997).

EN 117 : Produit de préservation du bois - Détermination du seuil d'efficacité contre les espèces *Reticulitermes* (termites européens) (Méthode de laboratoire) (2005).

EN 113 : Produits de préservation du bois - Méthode d'essai pour déterminer l'efficacité protectrice vis-à-vis des champignons basidiomycètes lignivores - Détermination du seuil d'efficacité (1996).

EN 152-1 : Méthodes d'essais des produits de préservation des bois - Méthode de laboratoire pour déterminer l'efficacité préventive d'un traitement de protection du bois ouvré contre le bleuissement fongique - Partie 1 : application par brossage (1988).

EN 152-2 : Méthodes d'essais des produits de préservation des bois - Méthode de laboratoire pour déterminer l'efficacité préventive d'un traitement de protection du bois ouvré contre le bleuissement fongique - Partie 2 : application par des méthodes autres que le brossage (1988).

EN 252 : Essai de champ pour déterminer l'efficacité protectrice relative d'un produit de préservation du bois en contact avec le sol (1989).

EN 275 : Produits de préservation du bois - Détermination de l'efficacité protectrice vis-à-vis des organismes térébrants marins (1992).

EN 330 : Produits de préservation du bois - Essais en champ pour déterminer l'efficacité protectrice d'un produit de préservation du bois pour emploi sous un revêtement et hors de contact avec le sol -Méthode avec un assemblage en L (1993).

ENV 807 : Détermination de l'efficacité vis-à-vis des micro-organismes de pourriture molle et d'autres microorganismes du sol (2001).