



Valorisation de la biomasse du Burkina faso : faisabilité de panneaux de particules à base de déchets agricoles et recherche de nouveaux biocides pour la préservation du bois à partir d'essences naturellement durables

Béli Neya

► To cite this version:

Béli Neya. Valorisation de la biomasse du Burkina faso : faisabilité de panneaux de particules à base de déchets agricoles et recherche de nouveaux biocides pour la préservation du bois à partir d'essences naturellement durables. Autre. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 2002. Français. NNT : 2002NAN10253 . tel-01748678

HAL Id: tel-01748678

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01748678>

Submitted on 29 Mar 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



SC.D. - UNIVERSITÉ
HENRI POINCARÉ - NANCY 1
FACULTÉ DES SCIENCES
54500 VANDOEUVRE-LÈS-NANCY Cedex

U.F.R. ENSTIB, Ecole Doctorale RP2E
Groupe de Formation Doctorale Sciences du Bois

Thèse

présentée pour l'obtention du titre de

Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy-I

Mention Sciences du Bois

par Béli NEYA

VALORISATION DE LA BIOMASSE DU BURKINA FASO :

**FAISABILITE DE PANNEAUX DE PARTICULES
A BASE DE DECHETS AGRICOLES**

&

**RECHERCHE DE NOUVEAUX BIOCIDES POUR LA PRESERVATION
DU BOIS A PARTIR D'ESSENCES NATURELLEMENT DURABLES**

Soutenue publiquement le 13 novembre 2002 devant la commission d'examen :

Membres du jury :

Rapporteurs :	M. J.H. THOMASSIN	Professeur, Université de Poitiers
	M. B. THIBAUT	Directeur de Recherche CNRS, CIRAD Forêt, Montpellier
Examineurs :	M. R. KELLER	Professeur, ENGREF Nancy
	M. A. PIZZI	Professeur, Université Henri Poincaré, Nancy-I
	M. P. GERARDIN	Professeur, Université Henri Poincaré, Nancy-I
Invité :	M. R. SMITH	Professeur, Louisiana State University

LERMAB Equipe de Chimie Organique et Microbiologie

Directeur : M. P. GERARDIN

Faculté des Sciences - 54500 Vandoeuvre-lès-Nancy

Remerciements

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements au Professeur GERARDIN responsable de l'Equipe de Chimie Organique et Microbiologie du LERMAB pour m'avoir accueilli et permis de réaliser ce travail. Je tiens à lui exprimer toute ma reconnaissance pour sa disponibilité, l'intérêt qu'il a accordé à mon travail et ses encouragements qui m'ont permis de continuer la thèse malgré les nombreux problèmes liés à mes déplacements en France.

Je voudrais remercier le Professeur PIZZI de l'Ecole Nationale Supérieure des Technologies et des Industries du Bois d'Epinal, pour avoir permis de réaliser mes travaux sur les panneaux.

Je remercie le Professeur THOMASSIN, Directeur de l'Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers et Monsieur THIBAUT, Directeur de Recherche au CNRS et Professeur à l'Université de Montpellier 1 pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de juger ce travail en tant que rapporteurs.

Je remercie le Professeur KELLER pour avoir accepté de juger ce travail et de participer à mon jury.

Je remercie également Monsieur PETRISSANS, Maître de Conférences au LERMAB pour son aide précieuse pour les tests de mouillabilité.

Je souhaite exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur FOUQUET, Chef du Laboratoire de préservation des bois du CIRAD Forêts et à son équipe, tout particulièrement Christine BAUDASSE pour la réalisation des essais termites.

Je remercie tous mes amis en France, en particulier Patricia BAUD et Guy DELPUECH, Renée et Alain VIDAL et Antoine MASSON qui m'ont soutenu et encouragé tout au long de ces années.

Je remercie très sincèrement Monsieur M. P. SEDEGO qui, en tant que Délégué Général du CNRST du Burkina Faso, et Monsieur P. SEREME qui, en tant que Directeur de l'INERA, ont pu faciliter tous les soutiens administratifs et financiers sans lesquels je n'aurais pas pu réaliser cette thèse. Je remercie également Monsieur B. OUATTARA, chef du CREAM/Kamboinsé, et Monsieur S.J. OUEDRAOGO, chef du DPF pour leur aide et les encouragements qu'ils m'ont apportés

Je voudrais aussi remercier mon Epouse Essana Solange et mes enfants Delphine et Cédric qui ont dû endurer des souffrances pendant mes absences à l'étranger pour mes travaux.

Je voudrais aussi remercier l'Ambassade de France à travers son service culturel pour son soutien lors de la réalisation de mon travail.

Je remercie Madame ANTONI pour l'aide qu'elle m'a apportée lors de la mise en forme de mon manuscrit et toutes les personnes du LERMAB et de l'ENSTIB pour leur aide précieuse et les marques de sympathie qu'elles m'ont témoignées. Enfin je remercie tous mes amis africains (Samuel, Haykel, Prosper et Patrice) à Nancy pour leur amitié et le réconfort qu'ils m'ont apporté.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION	1
FABRICATION DE PANNEAUX DE PARTICULES A PARTIR DE SOUS-PRODUITS AGRICOLES	2
1. CONTEXTE DE L'ETUDE	2
1.1. Ressources locales disponibles	3
1.2. Etude bibliographique	5
<i>1.2.1. Les colles thermodurcissables</i>	5
1.2.1.1. Historique et applications des adhésifs thermodurcissables dans le collage du bois	5
1.2.1.2. Résines phénol-formaldéhyde	6
1.2.1.3. Résines urée-formaldéhyde	9
1.2.1.4. Résines polyisocyanates	12
1.2.1.5. Résines à base de tanins	13
<i>1.2.2. Les familles de panneaux</i>	15
<i>1.2.3. Les normes européennes sur la qualité des panneaux</i>	16
<i>1.2.4. La bagasse</i>	18
1.2.4.1. Composition chimique	18
1.2.4.2. Les applications actuelles	20
<i>1.2.5. La balle de riz</i>	22
1.2.5.1. Composition chimique	22
1.2.5.2. Propriétés physiques et thermiques	22
1.2.5.3. Les applications	23
2. MATERIELS ET METHODES	24
2.1. Matières végétales	24
2.2. Fabrication des panneaux	24
<i>2.2.1. Tests réalisés au Burkina Faso et à Poitiers</i>	24
2.2.1.1. Colle utilisée	24
2.2.1.2. Mélange des constituants	24
2.2.1.3. Fabrication des panneaux	25
2.2.1.4. Mesure de la conductivité thermique	25
<i>2.2.2. Tests réalisés à Epinal</i>	25
2.2.2.1. Colles utilisées	25
2.2.2.2. Fabrication des panneaux	26
2.2.2.3. Caractérisation des panneaux	27
3. RESULTATS ET DISCUSSION	28
3.1. Evaluation des caractéristiques des panneaux réalisés au Burkina	28
3.2. Evaluation des panneaux réalisés à Epinal	30
<i>3.2.1. Caractéristiques des colles phénol/formol</i>	30
<i>3.2.2. Fabrication de panneaux à partir de balle de riz</i>	31
<i>3.2.3. Fabrication de panneaux à partir de bagasse</i>	34
4. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	37

RECHERCHE DE NOUVEAUX AGENTS DE PRESERVATION DU BOIS	39
1. INTRODUCTION	39
2. RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES	43
2.1. Notion de durabilité naturelle des bois	43
2.2. Connaissances sur les espèces de bois sélectionnées	44
2.2.1. <i>Burkea africana</i> (Caesalpiniaceae)	45
2.2.2. <i>Prosopis africana</i> (Mimosaceae)	47
2.2.3. <i>Pterocarpus erinaceus</i> Poir (Caesalpiniaceae)	48
2.3. Rôle des substances extractibles	49
2.3.1. Variabilité de la résistance du bois à la biodégradation	49
2.3.2. Nature chimique des extractibles impliqués dans la durabilité	50
2.3.2.1. Les flavonoïdes	51
2.3.2.2. Les stilbènes	53
2.3.2.3. Les quinones	54
2.3.2.4. Les lignanes	54
2.3.2.5. Les terpènes	55
2.4. Les agents de dégradation du bois	57
3. MATERIEL ET METHODES	59
3.1. Matériel biologique	59
3.1.1. Les bois utilisés	59
3.1.2. Les champignons testés	59
3.2. Mesure de la teneur en extrait des bois	59
3.2.1. Les solvants utilisés	59
3.2.2. Extraction au Soxhlet	60
3.2.3. Extraction au Dionex	60
3.2.4. Détermination de la quantité d'extraits dans les bois	62
3.3. Essais biologiques	63
3.3.1. Mesure de l'efficacité antifongique des extraits	63
3.3.3.1. Propriétés fongicides	63
3.3.1.2. Durabilité des éprouvettes de bois extraits ou non extraits	64
3.3.2. Mesure de l'efficacité anti-termites des extraits	65
3.4. Analyses physico-chimiques	66
3.4.1. Analyses chromatographiques	66
3.4.2. Analyses spectrales	67
3.4.3. Fractionnement du bois	67
3.4.4. Mesure de l'efficacité anti-gonflement	68
3.4.5. Mesure de la mouillabilité	69
4. RESULTATS ET DISCUSSION	75
4.1. Détermination de la teneur en extraits	75
4.1.1. Extraction au Soxhlet	75
4.1.2. Extraction au Dionex	77
4.2. Essais biologiques	79
4.2.1. Propriétés antifongiques	79
4.2.1.1. Inhibition de la croissance des champignons	79
4.2.1.2. Durabilité des bois	84
4.2.2. Propriétés ant-termites	88
4.3. Causes de la durabilité	90
4.3.1. Caractère hydrophobe	90
4.3.2. Analyses chimiques	92
CONCLUSION GENERALE	118
BIBLIOGRAPHIE	120
ANNEXES	132

INTRODUCTION

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire s'inscrit dans le cadre d'une collaboration franco-burkinabé entre l'Institut de l'Environnement et de Recherches Agricoles (INERA) au Burkina Faso, l'Université Henri Poincaré Nancy-1 et l'Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers (ESIP) en France. Réalisé en partie en France, en partie à Ouagadougou, l'objectif de ce travail était de valoriser différentes matières premières végétales du Burkina afin de développer des activités économiques locales.

En effet, le Burkina Faso, pays continental situé en Afrique de l'Ouest, est tributaire de l'importation de nombreux produits pour satisfaire à ses besoins. Les importations de bois, par exemple, concernant les bois massifs et les panneaux, représentent environ 2,133 milliards de francs CFA pesant énormément sur la balance économique du pays. De plus, le surcoût généré par la préservation de constructions en bois conduit le plus souvent les habitants à utiliser des méthodes de préservation ancestrales plus ou moins fiables n'impliquant pas le recours aux méthodes de préservation plus coûteuses classiquement utilisées dans les pays industrialisés.

Dans ce contexte, deux pistes ont été retenues pour être approfondies plus amplement dans ce travail :

- La première, plus appliquée, concerne une étude de faisabilité concernant la fabrication de panneaux de particules à partir de sous-produits agricoles comme la bagasse, la balle de riz ou les tiges de cotonnier, ...

- La seconde, plus fondamentale, concerne la recherche de nouveaux produits de préservation du bois à partir de l'analyse des connaissances et coutumes locales utilisées par les villageois ou à partir d'essences indigènes possédant une durabilité naturelle élevée.

FABRICATION DE PANNEAUX DE PARTICULES A PARTIR DE SOUS-PRODUITS AGRICOLES

1. CONTEXTE DE L'ETUDE

La crise économique mondiale et la dévaluation des monnaies africaines imposent à chaque pays de restreindre ses importations, d'où la nécessité de valoriser des produits locaux. Certaines matières végétales au Burkina-Faso, obtenues suite à l'extraction industrielle de substances alimentaires (riz, sucre), peuvent être utilisées pour réaliser des matériaux composites offrant une grande diversité d'applications (béton de fibres, emballage, panneaux de fibres, etc ...). Au delà de la fabrication de produits de substitution avec les déchets végétaux, il s'agit de favoriser le développement d'une activité économique aussi bien industrielle qu'artisanale (sédentarisation des populations rurales).

Le travail actuel qui porte sur la fabrication de panneaux à base de fibres végétales, vise à mettre au point des substituts aux panneaux de contre-plaqué importés de pays voisins (Côte-d'Ivoire, Ghana). Au Burkina, ce type de produits est largement utilisé pour l'isolation thermique au niveau de la toiture des maisons.

De 1990 à 1996, au Burkina Faso, les importations de bois représentaient une dépense comprise entre 1 et 2,1 milliards de francs CFA soit 1,5 à 3,2 millions d'euro, alors que les importations de panneaux et produits dérivés représentaient 990 millions de francs CFA soit 151.000 euro. Pour ces derniers, l'estimation du marché pour les prochaines années prévoit une augmentation de la demande de l'ordre de 7 à 9 % du fait de la politique gouvernementale de décentralisation et de développement de l'urbanisation. Les importations liées au bois pèsent donc énormément sur la balance commerciale du pays déjà largement déficitaire (tableau 1) d'où la nécessité de réduire les importations du pays en développant de nouvelles alternatives comme par exemple l'utilisation de fibres végétales locales pour la fabrication de panneaux de particules.

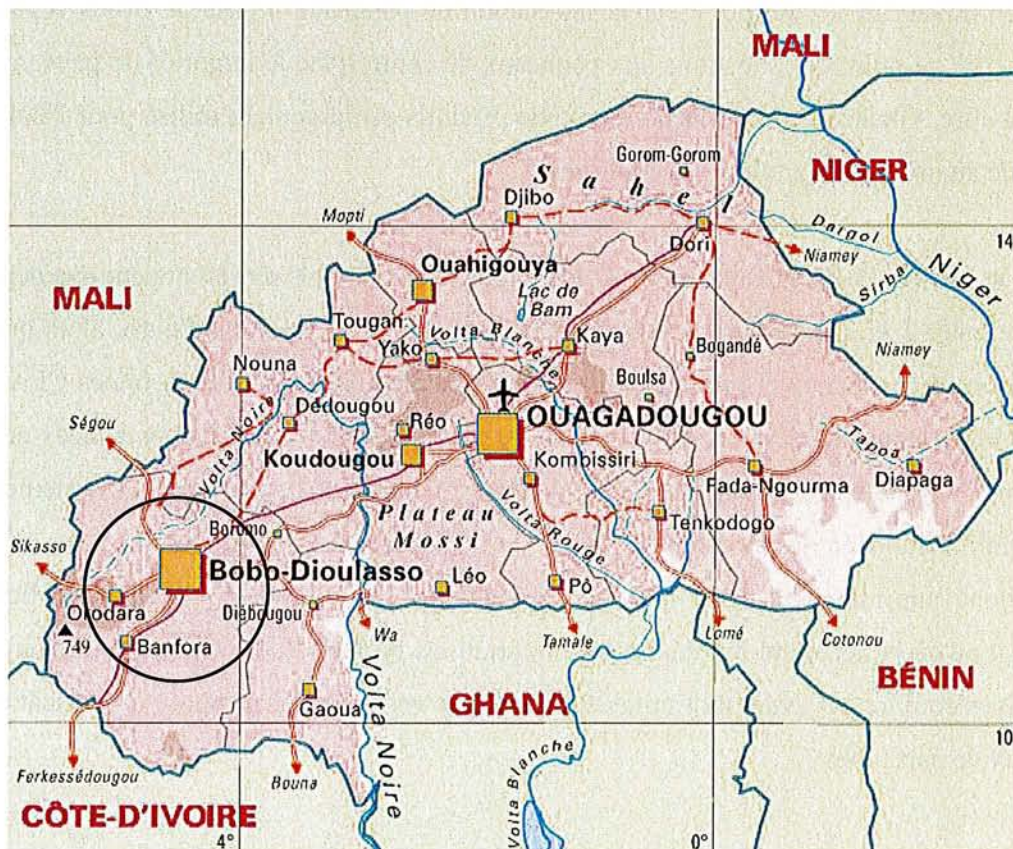
Tableau 1. Commerce extérieur et balance commerciale en milliards de francs CFA
(source : Commission de l'UEMOA, BCEAO, avril 2002)

Année	1997	1998	1999	2000	2001
Importations	297.7	374.2	357.4	368.6	394
Exportations	133.6	190.4	156.2	146.4	177
Balance commerciale	-164.1	-183.8	-201.2	-222.2	-217

Notre travail s'est orienté sur une étude montrant la disponibilité des matières premières ainsi que la faisabilité pratique de composites basée non seulement sur la bibliographie importante existant dans le domaine, mais aussi sur quelques essais de laboratoire complétant les résultats précédents (essais de conductivité thermique, utilisation de mélanges de colles ...).

1.1. Ressources locales disponibles

L'étude a été menée dans un rayon de 100 km autour de Bobo-Dioulasso.



Des moyens de télédétection et des études de terrain ont permis d'identifier et de quantifier plusieurs types de matières végétales :

- les tiges de cotonnier (1,5 à 2 tonnes par hectare) correspondant à une production annuelle d'environ 9 000 tonnes ;
- la bagasse de canne à sucre, sous-produit de la SOSUCO, correspondant à une production annuelle d'environ 2000 à 2500 tonnes dont 1000 tonnes sont destinées à la production d'électricité ;
- la balle de riz, sous-produit de l'activité de décorticage de la SONACOR, correspondant à une quantité annuelle d'environ 2300 tonnes ;
- les herbes de savane, en particulier *Andropogon gayanus*, pour lesquelles la récolte annuelle peut être estimée entre 4000 et 6000 tonnes.

En plus de ces matières abondantes et bien identifiées, il existe d'autres types de déchets présents en quantité moins importante :

- des déchets de maïs, d'orge et de riz, communément appelés drèche, produits par la BRAKINA
- des déchets de cartons de la SONACEB estimés à 32 tonnes par an.

Bien que tous les résidus précédents puissent être envisagés dans la fabrication de matériaux composites, leur utilisation peut être plus ou moins facile à mettre en œuvre du fait de contraintes techniques ou économiques survenant au cours du procédé de transformation. En effet, une étude économique réalisée sur les coûts de ramassage des tiges de cotonnier et des herbes de savane a montré que l'opération était assez coûteuse. A titre d'exemple, le coût de ramassage d'une tonne de tiges de cotonnier dans un rayon de 50 km reviendrait à environ 50.000 francs CFA rendue à Bobo-Dioulasso. De plus, pour ce type de matériau des opérations supplémentaires de déchiquetage et de broyage seraient nécessaires avant la phase de pressage. De même pour les herbes de savane, présentes de façon abondante mais sur des parcelles souvent très dispersées, le coût du ramassage constituerait un frein important à leur utilisation. Leur dispersion dans la nature constitue un facteur limitant pour leur ramassage. La balle de riz et la bagasse, cultivées de manière industrielle dans des zones bien délimitées, constituent pour leur part des matières intéressantes pour la suite de notre étude.

1.2. Etude bibliographique

1.2.1. Les colles thermodurcissables

1.2.1.1. Historique et applications des adhésifs thermodurcissables dans le collage du bois

Dans la fabrication des premières colles pour le bois, l'homme a d'abord utilisé des produits d'origine naturelle comme les extraits de poissons, l'amidon, la gélatine ou le blanc d'œuf (colles animales ou végétales) avant de développer des adhésifs industriels d'origine synthétique (Elbez et Bentz, 1991).

C'est ainsi que pendant la période de 1895 à 1917, le développement industriel de la caséine et de la gélatine permet la fabrication d'avions et de charpentes intérieures. En 1926, on voit apparaître des colles pour panneaux de contre-plaqué à base de soja. Les premières colles urée-formaldéhyde et résorcine sont proposées dans les années 30 au cours desquelles un film phénolique "Tegofilm" est développé pour l'industrie aéronautique. Depuis, bon nombre de colles synthétiques ont été développées parmi lesquelles les plus utilisées actuellement sont les colles à base de phénol et de formaldéhyde (PF), les colles à base d'urée et de formaldéhyde (UF), les colles à base de mélamine, d'urée et de formaldéhyde (MUF) et les colles à base de polyisocyanates (PMDI).

Les colles utilisées de nos jours dans l'industrie du bois sont des colles thermodurcissables (PF, UF, MUF, PMDI et autres colles à base de tannins) dont le choix dépend principalement du type d'applications auxquelles sont destinés les produits.

Pour les applications extérieures, les résines PF sont les plus utilisées aux Etats-Unis, en Europe du Nord et en Allemagne. En France, en Italie et en Espagne, leur utilisation est plus limitée en raison de lois réglementant les émissions de phénol dans l'environnement du fait de sa forte toxicité.

Les résines UF sont de loin les plus utilisées pour les applications intérieures. Outre les temps de pressage très courts qu'elles impliquent, elles présentent l'avantage considérable d'être peu coûteuses, tout en présentant un bon comportement en usage intérieur. Elles ne résistent cependant pas à l'eau provoquant des émissions de formaldéhyde. Certaines

formulations, comme dans le cas des résines de type E1, permettent de réduire cet inconvénient.

Les résines MUF sont de meilleure qualité que les UF et ont une meilleure résistance à l'eau. Elles sont les plus utilisées en Europe dans le cas d'applications extérieures, notamment en France, en Italie et en Espagne. Leur prix de revient est assez élevé et en constante augmentation. En effet, la capacité de production de mélamine en Europe est inférieure à la demande du fait de son utilisation dans d'autres secteurs industriels comme la papeterie et l'industrie chimique.

Les colles polyisocyanate (PMDI correspondant à la polymérisation du 4,4'-méthylènediphényldiisocyanate polymère) sont plus récentes dans le domaine du matériau bois et trouvent d'importantes applications pour le collage bois-métal ou bois-plastique en combinaison avec des résines polyvinylacétate (PVA). Elles garantissent de bonnes performances extérieures tout en mettant en jeu des temps de pressage courts. Elles sont par contre assez coûteuses (1800 à 2290 €/tonne), mais ne provoquent pas d'émission de formaldéhyde. La présence de groupes isocyanate libres n'ayant pas réagi reste cependant potentiellement dangereuse pour la santé publique. L'utilisation de ces colles implique des modifications des installations car elles peuvent provoquer des problèmes d'adhésion sur les plateaux des presses. La consommation de colles PMDI pour la fabrication de panneaux de particules (MDF et OSB) est en constante augmentation dans les pays comme l'Allemagne, la France et l'Italie.

Les colles à base de tannins bien connues et largement utilisées en Australie, en Amérique du Sud et en Afrique du Sud se développent peu à peu en Europe. Elles peuvent donner des panneaux de qualité extérieure avec des temps de pressage courts et des émissions de formaldéhyde peu importantes.

1.2.1.2. Résines phénol-formaldéhyde

Les résines phénoliques sont le produit de la polycondensation du phénol avec le formaldéhyde et ont été proposées par la société BAEYER en 1872 (figure 1). Elles ne seront développées qu'à la fin du siècle du fait de la production industrielle du formaldéhyde

permettant leur commercialisation en diminuant leur coût de vente. C'est seulement durant la deuxième guerre mondiale et pendant les années suivantes que les résines PF ont été employées plus largement pour tous les types de panneaux à usage extérieur.

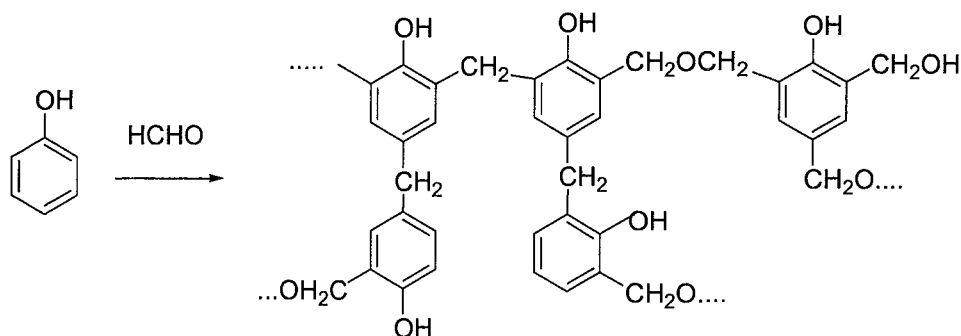


Figure 1. Réaction du phénol avec le formaldéhyde

Le phénol réagit avec le formaldéhyde aussi bien en position *ortho* qu'en position *para* du groupe hydroxyle conduisant à une structure polymérique extrêmement complexe rendant particulièrement difficile l'étude cinétique de la réaction. Le résultat est que, bien que ce soient les premières résines totalement synthétiques à avoir été développées et commercialisées, la chimie des résines phénoliques n'est encore que partiellement élucidée.

Méthodes de préparation des résines phénol-formaldéhyde

Les résines phénol-formaldéhyde peuvent être préparées suivant trois méthodes différentes :

- La première consiste à faire réagir le phénol avec un excès de formaldéhyde en présence d'un catalyseur alcalin. Le rapport molaire du formaldéhyde par rapport au phénol est compris entre 1,2 pour 1 et 2,5 pour 1. Ce type de résine PF est en général dénommé "résol". Au cours de cette procédure on distingue trois phases : une première phase de condensation où la résine est miscible avec l'eau, une seconde phase où la résine n'est plus miscible à l'eau et enfin une troisième phase de durcissement (Pizzi et Stephanou, 1994 ; Pizzi, 1994).
- La seconde est réalisée en présence d'un catalyseur acide. Le rapport molaire du formaldéhyde par rapport au phénol est compris entre 0,8 pour 1 et 1 pour 1 et ce type de

résine est appelé "novolac". Cette résine se transforme en une poudre fine à laquelle on ajoute à peu près 15 % d'hexaméthylènetétramine (figure 2).

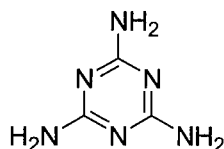


Figure 2. Structure de l'hexaméthylènetétramine

Sous l'effet de la température l'hexaméthyltétramine se décompose en ammoniac et en formaldéhyde, qui, à leur tour, réagissent avec la novolac liquéfiée pour former une résine thermodurcissable. De telles résines sont beaucoup plus stables que les résols, mais doivent être conservées à l'état sec (Pizzi et Stephanou, 1994 ; Pizzi, 1994).

- La troisième consiste à faire réagir le phénol avec un excès de formaldéhyde en présence d'ions métalliques, qui jouent le rôle de catalyseur dans une gamme de pH comprise entre 4 et 7. Bender (1953) a montré que ce genre de résines PF possédait une proportion élevée de ponts méthylène ortho-ortho. Ces résines peuvent être durcies en ayant recours à l'hexaméthylène-tétramine. Les catalyseurs métalliques utilisés sont des oxydes ou des hydroxydes de métaux alcalins ou alcalino-terreux tels que le zinc, le magnésium et l'aluminium.

Propriétés physiques des résines phénol-formaldéhyde

Les résines phénol-formaldéhyde durcies possèdent une densité comprise entre 1,2 et 1,3 g/cm³, un indice de réfraction de 1,6 et une chaleur spécifique de 0,5. Les résines PF sont relativement stables jusque 200-250°C, bien que la réaction de dégradation soit une réaction d'oxydation qui détruit les ponts méthylène pour former des dihydroxybenzophénones substituées. Au-dessus de cette température, les résines commencent à se carboniser lentement et pour des températures plus élevées, la carbonisation s'accélère. A 400°C, la dégradation est rapide.

Avant les étapes de polymérisation, les résols ont tendance à être plus solubles dans l'eau et les alcools du fait de la présence de groupements méthylol, alors que les novolacs

sont beaucoup plus solubles dans les hydrocarbures. Une fois polymérisées, les résines sont très résistantes à la plupart des réactifs chimiques. Elles ne sont altérables ni par les solvants organiques usuels, ni par l'eau. Elles sont utilisées comme adhésifs pour bois à usage extérieur et constituent le tiers du volume de l'ensemble de tous les adhésifs. Les résines PF sont des liants de très haute résistance, en traction et aux impacts provoqués par poinçonnement. Elles peuvent être utilisées aussi bien pour coller des surfaces métalliques que non métalliques. Elles sont aussi capables de résister à des températures élevées, à la corrosion, particulièrement à l'hydrolyse et possèdent une longue durabilité. Mais traditionnellement, les résines PF présentent certains inconvénients : elles sont foncées et sont plus chères que les résines urée-formol mais surtout, elles nécessitent un temps de pressage beaucoup trop long.

Les résines phénol-formaldéhyde utilisées comme liants dans les panneaux de bois

Les résines PF sont utilisées comme liants dans les contre-plaqués à usage extérieur et dans les panneaux de particules, qui nécessitent une résistance élevée face à l'humidité. Elles sont généralement appliquées sur les placages à l'aide d'un rouleau. Les placages recouverts de résine sont ensuite assemblés, empilés puis chauffés sous presse à 120-130°C durant 5 à 10 minutes sous une pression de 11 à 16 kg/cm². Le polymère ainsi formé est constitué d'un réseau de réticulations plus dense, plus résistant et plus durable.

Dans la fabrication de panneaux de particules, la résine PF est versée sur les copeaux, puis le mélange vigoureusement malaxé. Les particules encollées sont ensuite disposées pour former une couche d'épaisseur uniforme puis pressées sous 25 à 35 kg/cm² durant une période comprise entre 20 et 12 s/mm d'épaisseur du panneau. Ce temps de pressage dépend du temps de gel des résines, de l'épaisseur des panneaux, de la température des plateaux métalliques, située entre 180 et 230°C et du taux d'humidité.

1.2.1.3. Résines urée-formaldéhyde

L'urée a été découverte en 1824 par Whöler et la mélamine en 1834 par Liebig. La première urée-formol (UF) a été fabriquée aux USA en 1920, mais son utilisation commerciale sous forme de colle ne débute que quelques années plus tard. De nos jours, les résines UF sont les adhésifs les plus utilisés dans l'industrie du bois. Au niveau de leur mise

en oeuvre les résines UF présentent des caractéristiques intéressantes : gamme importante de températures d'emploi, généralement de 90 à 100°C, vitesse de prise de quelques secondes à quelques minutes, couleur blanche, prix peu élevé, et enfin possibilité de s'adapter à chaque type de bois. Leur plus gros inconvénient est leur détérioration très facile dès qu'elles sont en contact avec l'eau. C'est pourquoi les résines UF ne sont utilisées comme adhésifs que pour des applications intérieures.

Synthèse des résines Urée-Formol

La formation de la résine commence par celle de la monométhylolurée réalisée en milieu faiblement acide ou alcalin et caractérisée par une première phase rapide et par une deuxième plus lente. La première étape est une réaction d'addition de type bimoléculaire entre l'urée et le formaldéhyde (Garcia et Pizzi, 1998) dont l'énergie d'activation est de 13 Kcal.mol⁻¹. La seconde étape correspond à la perte d'une molécule d'eau, réaction monomoléculaire dont l'énergie d'activation est de 19 Kcal.mol⁻¹ (Garcia et Pizzi, 1997) suivie de la condensation d'une seconde molécule d'urée. La vitesse de réaction est fonction du pH (Garcia et Pizzi, 1998).

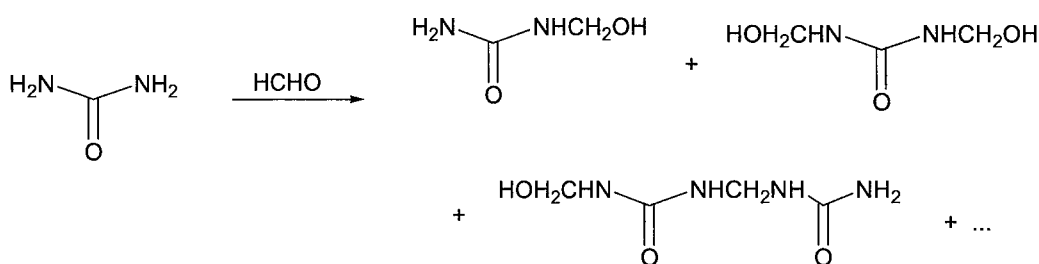


Figure 3. Formation de la résine UF

La distribution des poids moléculaires est fonction du temps de réaction et influence les caractéristiques d'adhésion de la résine avec le bois, comme cela a été démontré par des études de mécanique moléculaire sur l'énergie d'adhésion avec les surfaces cellulosiques. La valeur de l'énergie spécifique de l'adhésion est d'autant plus importante que la fraction de résine méthylolée est plus élevée. L'interaction est différente suivant que la cellulose est cristalline ou amorphe (Kamoun et al., 1998).

En pratique, la synthèse d'une résine UF est réalisée par le contrôle de la viscosité, de la turbidité, de la tolérance à l'eau et du temps de gel, qui sont des conséquences de la

distribution de la masse molaire. La préparation suit deux phases : l'addition et la condensation. L'addition se fait à pH alcalin à partir d'un précondensat d'urée et de formaldéhyde. Dans la deuxième phase de condensation, le système est acidifié pour la condensation des méthylolurées entre elles avec l'urée restante. En fonction de la viscosité souhaitée, la condensation est arrêtée en élevant le pH.

La réaction entre l'urée et le formaldéhyde ne conduit à un état stationnaire que dans le cas de la méthylolation de l'urée, qui est représentée par une constante d'équilibre, fonction de la concentration des réactifs et de la température (Pizzi, 1994) :

$$K = \frac{k_1}{k_2} = \frac{[UF]}{[U][F]}$$

Dans le cas des résines condensées, il existe un état stationnaire entre le formaldéhyde libre, le N-méthylolformaldéhyde (à la fin des chaînes comme groupements méthylol) et le reste des groupements amide (-NH₂, -NH-, urée libre). La formation de molécules toujours plus longues et importantes se fait par des ponts méthylène (-CH₂-) ou des ponts méthylène-éther (-CH₂-O-CH₂-). Les ponts méthylène-éther sont moins stables que les ponts méthylène avec libération d'une molécule de formaldéhyde. Ce formaldéhyde est en partie responsable de l'émission des panneaux de particules.

Lors de la mise en œuvre d'une résine PF, il faut utiliser un durcisseur acide. Dans la pratique industrielle, les durcisseurs les plus employés sont, en solution liquide, soit des sels d'acides inorganiques comme le chlorure d'ammonium (NH₄Cl) ou le sulfate d'ammonium ((NH₄)₂SO₄). Ces sels expriment leur acidité par réaction d'hydrolyse lors du chauffage.



Figure 4. Décomposition thermique du chlorure d'ammonium

Cet équilibre acido-basique est déplacé vers la droite lorsque le mélange collant est chauffé du fait de l'évaporation de l'ammoniac. La polycondensation des résines UF est très sensible aux variations du pH, sa vitesse augmentant rapidement lorsque le pH diminue.

1.2.1.4. Résines polyisocyanates (Subramanian, 1984)

Généralement les diisocyanates ou polyisocyanates sont utilisés pour la préparation d'adhésifs polyuréthane. La liaison uréthane (-O-CO-NH-) est formée par la réaction d'un alcool avec un groupe isocyanate (-N=C=O). Ainsi la réaction de diisocyanates avec des polyols, conduit à la formation d'un polyuréthane formé d'une répétition de liaisons uréthane. Les variations structurales possibles de R et R' font qu'il est possible de faire varier la dureté et l'élasticité de l'adhésif polyuréthane.

Dans le collage du bois, un des isocyanates les plus utilisés est le diphenylméthane diisocyanate (MDI). Deux réactions interviennent alors dans le processus de collage avec le bois. La première implique la réaction du MDI avec l'eau résiduelle contenue dans le bois conduisant à la formation d'une colle polyurée. La seconde concerne la réaction du MDI avec les nombreux groupements hydroxyle présents dans les constituants du bois (cellulose, hémicellulose et lignine) conduisant à la formation de liaisons polyuréthane.

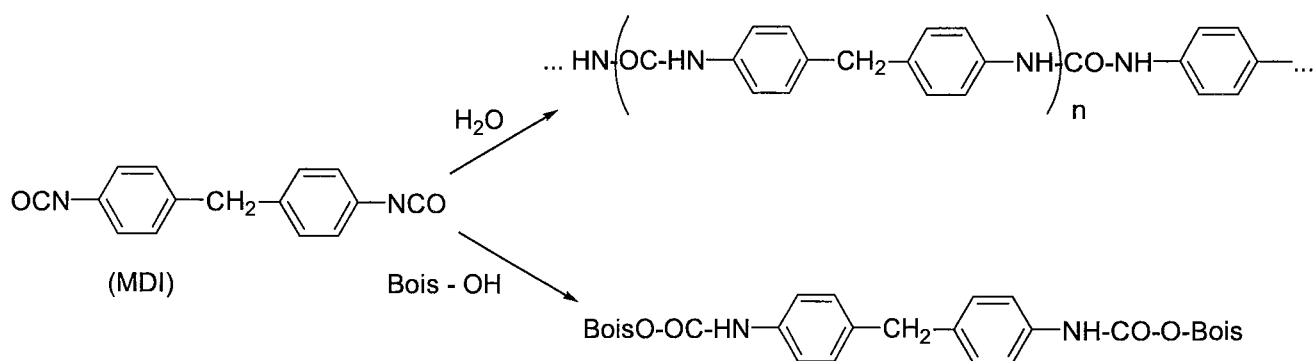


Figure 5. Réactions du MDI lors de la formation de composites

La combinaison de ces deux réactions provoquant à la fois une liaison mécanique mais aussi une véritable liaison chimique explique les hautes performances obtenues avec les colles isocyanate et est à l'origine des propriétés hors du commun des panneaux de bois composites à base de MDI :

- extrême résistance à l'eau
- faible gonflement
- haute résistance mécanique
- résistance aux micro-organismes

1.2.1.5. Résines à base de tannins

Les tannins condensés sont utilisés depuis bientôt trente ans dans l'industrie du bois (Pizzi, 1979 ; Sealy-Fisher et Pizzi, 1992 ; Meikleham et al., 1994). Les adhésifs tannins/formaldéhyde sont obtenus par polycondensation de tannins condensés avec du formaldéhyde (Du et al., 1980).

Les résines à base de tannins ont de nombreux avantages :

- Les tannins sont des produits naturels non toxiques et donc bien plus acceptables, d'un point de vue écologique, que le phénol.
- Contrairement aux colles phénol-formol, la résine n'a pas besoin d'être pré-condensée puisque les tannins le sont déjà naturellement.
- La quantité de formaldéhyde à utiliser, produit cher et nocif, est moins importante du fait du caractère pré-condensé des tannins.
- Le durcissement des colles à base de tannins est 5 à 50 fois plus rapide que celui des colles utilisées actuellement (Pizzi, 1978).

L'utilisation de formaldéhyde dans les résines a causé d'importants problèmes du fait de la volatilité de ce dernier. Il provoque des irritations des yeux et des membranes muqueuses des cavités nasales. La limite de tolérance pour l'homme est comprise entre 0,05 et 1 ppm selon les individus (Blair et al., 1982 ; Boreiko et al., 1982).

Des travaux sur les émissions de formaldéhyde par les produits à base de bois ont été publiés par Rofael (1982) et Meyer et al (1986) et des réglementations sur ces émissions apparurent dès 1980 en Allemagne de l'Ouest, définissant des classes d'émission pour les panneaux (ETB, 1980).

Le bois ne contient pas de formaldéhyde libre, mais il renferme des substances qui, comme les polysaccharides et la lignine, sont capables de libérer du formaldéhyde à des températures supérieures à 100°C (Marutzky et Rofael, 1980).

Les panneaux fabriqués avec des adhésifs à base de tannins ont une émission de formaldéhyde élevée en sortie de presse, mais qui décroît rapidement au bout de deux à six semaines. Il a été montré que l'utilisation de tannins très réactifs de nature procyanidine/

prodelphinidine (Pizzi, 1983) comme les tannins de pin ou de noix de pécan permettait de réduire considérablement la durée de la réaction entre le formaldéhyde et le tannin (Pizzi et al., 1994 ; Pizzi et al., 1995 ; Rossouw et al., 1980). L'émission de formaldéhyde est également plus faible du fait de la réaction du formaldéhyde avec les carbones C6 et/ou C8 du cycle aromatique du noyau A formant des groupes méthylols.

Il a été découvert récemment que la réaction de durcissement du tannin avec l'hexaméthylènetétramine (hexamine) ne passe pas totalement par une étape de libération de formaldéhyde, mais réagit en partie directement avec le tannin (Pizzi et al., 1993 ; Pizzi et al., 1994 ; Pizzi et al., 1995).

L'hexamine est habituellement considérée comme une source de formaldéhyde. Ceci n'est en fait vrai qu'en milieu acide pour un pH de l'ordre de 4,5 et pour une température supérieure à 60°C. Ce n'est pas le cas pour des pH neutres et alcalins pour lesquels l'hexamine produit du formaldéhyde avec beaucoup de difficultés (Pizzi et al., 1994).

La réaction de décomposition de l'hexamine en formaldéhyde est la suivante (Pizzi, 1979) :

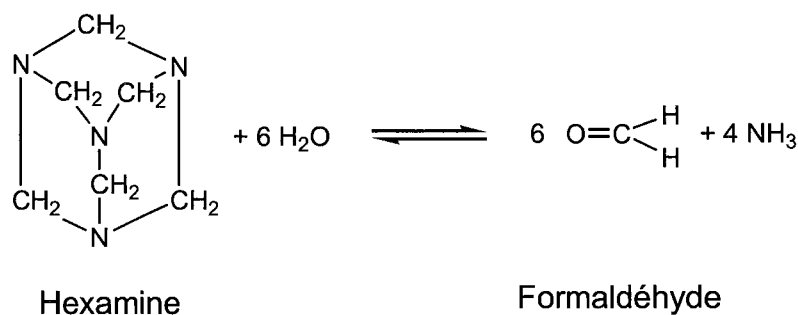


Figure 6 . Décomposition de l'hexamine

Des études récentes ont montré qu'en présence de tannins de très haute réactivité, comme le tannin de pin, l'hexamine se décompose en des espèces réactives ($\text{NH}_2\text{-CH}_2^+$, $\text{NH-(CH}_2^+)_2$ et $\text{N-(CH}_2^+)_3$) capables de réagir rapidement permettant un durcissement de la résine avec pratiquement aucune émission de formaldéhyde et sans que l'hexamine ne passe par l'étape de décomposition en formaldéhyde (Pizzi et Tekely, 1996). Ces réactions impliquent la formation de ponts benzylamine (tribenzyl-, dibenzyl- et monobenzylamine).

Pour les tannins durcis avec de l'hexamine, les ponts tribenzyl- et monobenzylamine prédominent, contrairement aux résines phénoliques durcies avec l'hexamine (Pizzi et Tekely, 1996 ; Pizzi et al., 1995).

Il a été récemment montré que le pourcentage optimal d'hexaméthylènetétramine à rajouter aux tannins est de 6,5 %. C'est à ce pourcentage que les panneaux réalisés ont le meilleur compromis entre résistance mécanique et émission de formaldéhyde. Cependant, si la température est augmentée au delà de 160-170°C, les ponts benzylamine se réarrangent en ponts méthylène, avec libération de formaldéhyde et d'ammoniac. Cette libération peut aussi se produire avec le temps. C'est cette émission qui peut se poursuivre plusieurs mois après la fabrication du panneau qui est soumise à une réglementation très précise.

1.2.2. Les familles de panneaux

Les panneaux produits à base de bois sont principalement de quatre types :

- panneaux de particules
- panneaux de fibres (haute densité et densité moyenne)
- panneaux OSB (Oriented Strand Boards) et Parallam (Parallel Strand Lumber)
- panneaux de contre-plaqué.

En Europe, les panneaux de particules et les panneaux de fibres de moyenne densité, sont les plus utilisés et sont fabriqués habituellement à partir de résine UF pour une utilisation intérieure et de résines MUF dans le cas d'une utilisation extérieure. De tout temps, l'industrie du panneau s'est orientée vers des installations travaillant en continu de grande capacité de production (jusqu'à 4 000 000 m³/an), bien qu'il existe des installations performantes ne travaillant pas en continu, utilisant des presses multi-étagées, spécialement dans la fabrication de panneaux de particules. Le temps de pressage avec les presses continues est de 6 à 8 s/mm, alors qu'avec des presses multi-étagées il est de 8 à 10 s/mm.

En Europe, comme aux Etats-Unis, la production de panneaux OSB et Parallam est en augmentation. Leur vocation est principalement pour des applications structurelles extérieures. Ils sont en concurrence avec les panneaux de contre-plaqué et avec le bois lamellé. Les panneaux OSB et Parallam sont encollés avec des adhésifs à haute performance : résines PF ou PMDI. Le procédé de production des panneaux OSB est similaire à celui des panneaux de particules avec des presses continues chauffées électriquement. Les panneaux

Parallam sont produits dans de grandes presses mono-étagées par chauffage radiofréquence en raison de leur importante épaisseur.

Les contre-plaqués sont des produits présentant de meilleures performances par rapport aux produits décrits précédemment. Une part importante de la production est destinée à un usage semi-extérieur ou extérieur. La production est difficilement automatisable et les meilleures installations travaillent avec un temps de pressage supérieur à 30 s/mm d'épaisseur de panneau. La production de contre-plaqués est plus orientée vers des produits spécialisés à plus grande valeur ajoutée.

1.2.3. Les normes européennes sur la qualité des panneaux

Il existe différentes normes pour déterminer les performances et les qualités des différents types de panneaux.

Pour les panneaux de contre-plaqué, il n'existe pas de spécification relative à l'adhésif mais des spécifications relatives au collage. La norme EN 636 présente une classification des contre-plaqués, basée sur la résistance du collage à l'humidité ambiante. Trois types de panneaux sont ainsi définis en fonction de leurs conditions d'utilisation.

- *Classe de risque 1, milieux secs* : collage pour panneaux exclusivement destinés à des emplois intérieurs ne présentant pas de risque d'humidification.
- *Classe de risque 2, milieux humides* : collage résistant à l'humidité pour panneaux destinés à des emplois présentant un risque d'humidification temporaire. Les collages réalisés avec une UF renforcée ou MUF à bas taux de mélamine peuvent être plongés six heures dans de l'eau bouillante. Ces types de collages sont particulièrement intéressants pour la fabrication des panneaux destinés aux emplois semi-extérieurs.
- *Classe de risque 3, milieux extérieurs* : ces collages sont réalisés avec des résines MUF ou éventuellement avec des résines urée-formaldéhyde et un durcisseur contenant une assez forte proportion de mélamine ou de résorcine. Ces collages sont destinés à la fabrication

des panneaux employés dans la construction nautique ou pour des décors à emploi extérieur semi-abrité.

Les procédés d'évaluation des propriétés des panneaux consistent en des tests d'immersion dans l'eau dans des conditions plus ou moins drastiques selon les classes de risque visées. Des essais mécaniques de résistance à la traction ou au cisaillement viennent également compléter les essais précédents

Les caractéristiques mécaniques des panneaux de particules sont fonction des valeurs de leur densité, de leur gonflement dans l'eau et de leur résistance mécanique à la flexion statique et à la traction perpendiculaire. Selon les normes européennes, ils dépendent de l'épaisseur du panneau (tableau 2).

Tableau 2. Caractéristiques mécaniques des panneaux de particules selon les standards européens

Epaisseur (mm)	Densité (kg/m ³)	Flexion statique (MPa)		Traction perpendi- culaire (MPa)		Gonflement 24 h, 20°C (%)	
		V20	V100	V20	V100	V20	V100
< 8	750	18	19	0,40	0,15	16	12
8 - 13	700	18	19	0,40	0,15	16	12
13 - 20	680	16	18	0,35	0,15	16	12
20 - 25	600	14	15	0,30	0,15	16	12
25 - 32	600	12	12	0,24	0,10	16	12
32 - 40	550	10	10	0,20	0,10	16	12
> 40	550	10	10	0,20	0,07	16	12

Les panneaux de particules à usage extérieur doivent satisfaire au test V100. Il consiste en une immersion des éprouvettes 50 x 50 mm dans de l'eau que l'on chauffe à ébullition durant 2 heures avant de laisser refroidir les échantillons pendant une heure dans de l'eau froide. Les éprouvettes encore humides sont alors testées par traction perpendiculaire par rapport au plan du panneau.

1.2.4. La bagasse

La bagasse est un sous-produit de l'industrie de la canne à sucre produite en grande quantité dans de nombreux pays (en France dans les départements d'Outre-mer, en Chine, en Inde, en Amérique du Sud et en Afrique).

Après extraction, une tonne de canne produit environ 250 à 300 kg de bagasse renfermant en moyenne 45 % d'eau, 48,5 % de fibre et 2,5 % de matière dissoute (principalement du sucre). Traditionnellement, elle servait de source de combustible pour la sucrerie ainsi que de fourrage pour les animaux et d'engrais.

Pour des raisons économiques et environnementales, plusieurs nouvelles applications de la bagasse ont été développées pour valoriser cette biomasse abondante, dont les rejets non contrôlés peuvent créer des problèmes environnementaux. Parmi les principales applications, on peut citer l'utilisation de la bagasse comme source d'énergie naturelle et renouvelable et la transformation des fibres en papier, carton ou panneaux agglomérés. Le traitement chimique de la bagasse peut également conduire au furfural, matière première intéressante pour l'industrie chimique pouvant conduire, après hydrolyse, à des polyols utilisables pour produire des mousses isolantes pour l'industrie du bâtiment.

1.2.4.1. Composition chimique

La bagasse est un matériau lignocellulosique dont la composition chimique est assez proche de celle du bois (Shukla et al., 1984, Amin et al., 1985).

Tableau 3. Composition chimique de la bagasse

	Bagasse (%)	Feuillus (%)	Résineux (%)
Cellulose	54	45	42
Hémicellulose	18	30	27
Lignine	25	20	28
Extractibles	3	5	3

La cellulose est un polymère linéaire polysaccharidique constitué d'unités β -(D)-glucopyranosiques reliées entre elles par des liaisons β -(1-4)-glucosidiques. L'unité répétitive est appelée cellobiose (Malek, 1991) (figure 7).

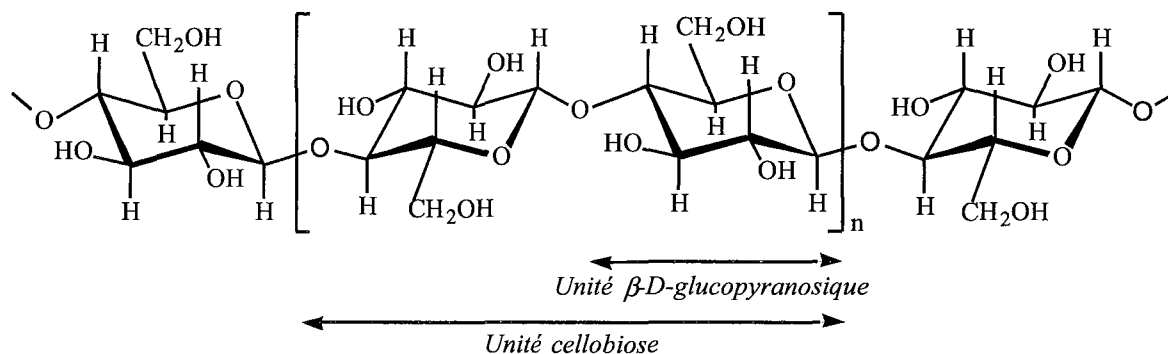


Figure 7. Structure de la cellulose

Les hémicelluloses englobent tous les polysaccharides autres que la cellulose et les substances pectiques. Ces polysaccharides à chaînes plus courtes et plus ramifiées sont constitués de pentoses et d'hexoses.

La lignine est un polymère plus complexe sans motif répétitif bien déterminé, de structure polyphénolique dont la structure tridimensionnelle n'est pas connue de façon exacte. La lignine est obtenue par polymérisation oxydative de trois monomères de base, l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique dont les proportions varient en fonction de leur origine (figure 8).

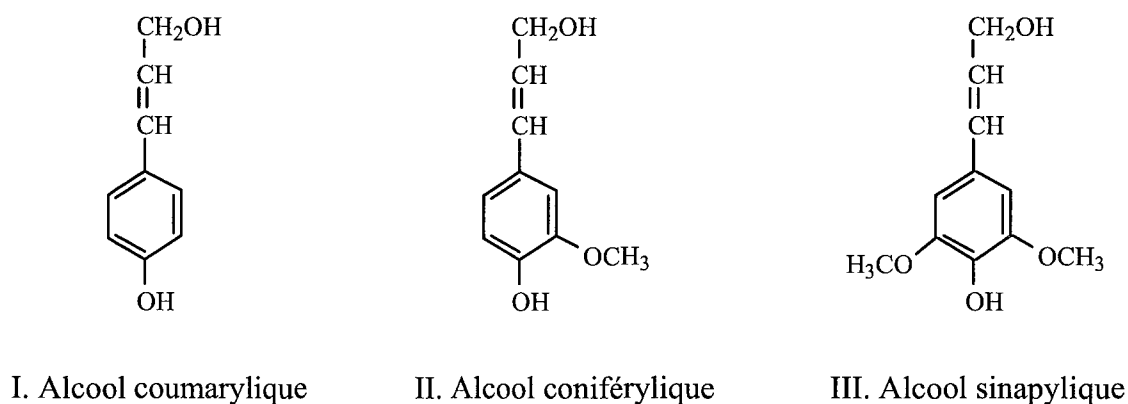


Figure 8. Monomères intervenant dans la structure de la lignine
(d'après Eaton et Hale, 1993)

Ainsi, la lignine de résineux est principalement constituée d'unités coniféryliques (90 %), la lignine de feuillus d'unités coniféryliques (50 %) et sinapyliques (50 %) alors que les graminées renferment les trois types d'unités.

La lignine a pour rôle essentiel de renforcer les propriétés mécaniques de la plante la contenant et d'accroître sa résistance aux attaques biologiques.

1.2.4.2. Les applications actuelles

✓ Utilisation de la bagasse comme matériau dans le bâtiment

Amin et al. (1985) rapportent la fabrication de matériaux composites pour la construction intégrant la bagasse de canne à sucre comme charge et de la colle phénolique comme résine. Les résultats de ce travail ont été démontrés par des projets de construction dans plusieurs pays.

Siopongco et al. (1982) ont fabriqué des panneaux composites et des panneaux simples à base de bagasse de canne à sucre. Les différents types de panneaux sont les suivants :

- panneaux composites bagasse/polyéthylène collés avec de la résine urée-formol (10 %) avec adjonction de paraffine de cire
- panneaux de bagasse collés avec de la résine urée-formol avec adjonction de sulfure
- panneaux de bagasse collés avec la résine phénol-formaldéhyde (8, 10 et 12 %) avec élimination de la partie spongieuse de la bagasse et adjonction de paraformaldéhyde
- panneaux de bagasse collés avec la résine urée-formaldéhyde (10 %) avec adjonction d'almaciga.

Leurs travaux avaient pour but d'améliorer le comportement des différents panneaux vis à vis de l'eau. Il a été démontré que les panneaux traités avec l'almaciga, le polyéthylène et le sulfure ont une bonne tenue à l'humidité comparativement aux panneaux de bagasse collés avec le phénol-formaldéhyde. Les panneaux comportant la partie spongieuse sont très sensibles à la reprise d'eau. Les panneaux composites à base de bagasse et de polychlorure de vinyle (PVC) sont également rapportés pour avoir une bonne tenue à l'humidité.

En Inde, Shukla et Prasad (1985) ont fabriqué des panneaux à base de bagasse en distinguant plusieurs types de particules (fines, grossières, mixtes), en utilisant de la résine phénol-formaldéhyde avec 37 % et 15 % d'extrait sec. Ils ont effectué un collage à chaud

(140-145°C) avec 8 et 10 % de colle pendant 15 minutes à 14 kg/m². Ils ont obtenu des panneaux dont les densités variaient entre 0,5 et 0,9. Les absorptions en eau sont variables et comprises entre 4,78 et 27,5 % et 19,7 et 55,6 % respectivement pour un trempage de 2 et 24 heures. Selon les normes indiennes, ces valeurs sont faibles. Les panneaux réalisés à partir de particules mixtes ont une faible absorption d'eau après un trempage de 2 heures, comparativement aux panneaux avec particules solides ou fines. L'utilisation de résines à faible teneur en extrait sec donne de meilleurs résultats et permet, pour des panneaux contenant 10 % de résine, d'obtenir de bons modules d'élasticité (environ 280 kg/cm² pour une traction se situant autour de 9 kg/cm²). Les panneaux faits avec des particules mixtes ont des propriétés mécaniques élevées et sont conformes aux normes indiennes, que se soit au niveau des essais mécaniques, mais aussi au niveau des essais de gonflement.

Wang (1975) a fabriqué des panneaux composites à base de bagasse et de différents monomères vinyliques (chlorure de vinyle, méthacrylate méthylique, acétate de vinyle, ...) en utilisant des radiations gamma pour effectuer la polymérisation. Les composites obtenus possèdent de bonnes propriétés mécaniques, une bonne tenue à l'eau et une bonne résistance contre les insectes.

✓ *Utilisation de la moelle de la bagasse pour le traitement des eaux usées*

Aly et Daifullah (1998), en Egypte, ont montré que la moelle de la bagasse de canne à sucre a des propriétés dépolluantes. Elle permet de piéger le cadmium (Cd²⁺) et le plomb (Pb²⁺) contenus dans des solutions aqueuses. Deux méthodes ont été développées à cette fin impliquant soit des systèmes sous bâche, soit des systèmes d'écoulement continu. Ainsi la moelle peut fixer 62 % des ions cadmium et 84 % des ions plomb à un pH de 6,99. Les cations peuvent être récupérés en traitant la moelle avec de l'acide chlorhydrique.

✓ *Sensibilité vis à vis des attaques de termites*

Des essais en laboratoire et en champ ont montré que les termites s'installent dans les panneaux de bagasse humidifiés ou non (Grace, 1996).

1.2.5. La balle de riz

1.2.5.1. Composition chimique

Peu de travaux existent sur la composition chimique exacte de la balle de riz, qui est principalement constituée de polysaccharides. Certains rapportent cependant l'analyse élémentaire de cette dernière, ainsi que la nature des éléments minéraux présents.

Tableau 4. Composition élémentaire de la balle de riz

Teneurs pondérales							Pouvoir calorifique (MJ/kg)
Référence	C	H	O	N	S	Cendres	
Kaupp*	41	5	37,6	0,6	-	15,5	15,5-16,2
Cruz*	35,8	5,2	35,8	-	-	23,5	14
Beagle*	42,12	5,35	31,72	0,49	0,07	20,29	-
Mansaray et Ghaly	37,6-44,5	5,1-5,42	31,5-35,2	0,38-0,51	0,015-0,034	-	14,7-18,3

* in Thibault (1996)

Des auteurs indiens ont rapporté la présence des éléments suivants dans les cendres de la balle de riz : SiO_2 (90-97 %), K_2O (1,8-2,8 %), CaO (0,33-2 %), P_2O_5 (0,03-1,2 %), MgO (0,3-0,45 %), Al_2O_3 (0,005-0,2 %), Fe_2O_3 (0,09-0,27 %), Na_2O (0,03-0,23 %), SO_3 (0,10-1,12 %). Kaupp (1984), pour sa part, rapporte une quantité de silice comprise entre 95 et 97 %. Beagle (1978), qui a également travaillé sur plusieurs variétés de riz, rapporte 90,2- 96,9 % pour SiO_2 , 0,58-3,15 % pour K_2O , 0,25-2,70 % pour CaO , 0,24-0,57 % pour P_2O_5 , 0,015-0,67 % pour MgO , traces à 0,08 % pour Al_2O_3 , traces à 1,01 % pour Fe_2O_3 , 0,34-0,78 % pour Na_2O et 0,27-2,70 % pour SO_3 .

1.2.5.2. Propriétés physiques et thermiques

Mansaray et Ghaly (1997) ont travaillé en Inde sur six variétés de riz pour mesurer leurs caractéristiques physiques et thermiques. La densité de la balle de riz peut varier de 86 à 114 kg/m^3 . Le pouvoir calorifique supérieur varie entre 14,72 et 18,31 MJ/kg et le pouvoir calorifique inférieur entre 13,24 et 16,20 MJ/kg.

1.2.5.3. Les applications

Ajiwe et al. (1998) ont montré qu'il était possible de réaliser des faux plafonds avec de la balle de riz en la mélangeant à de la sciure de bois et en utilisant une colle synthétique, la "cascamite". Dans certains travaux, la balle de riz est traitée préalablement par trempage dans une solution de NaOH pendant 16 heures puis lavée à l'eau pour limiter les problèmes de variations dimensionnelles lors de la fabrication de panneaux (Thampan, 1972). Les panneaux faits avec adjonction de sciure de bois ont les meilleures caractéristiques mécaniques (traction, 32 N/m²), comparativement aux panneaux sans adjonction de sciure de bois (22 N/m²) et les panneaux ordinaires (23,5 N/m²).

Bhatnagar (1994) a réalisé des panneaux par pressage à chaud avec la balle de riz en utilisant de la colle phénol-formaldéhyde modifiée (incorporation de résine de coque de noix d'acajou). Il a obtenu des panneaux dont la densité varie de 500 kg/m³ à 900 kg/m³, ainsi que des panneaux de densité inférieure à 500 kg/m³. Il a constaté que ces derniers, pour une épaisseur de 16 mm, ont une traction perpendiculaire de 0,3 N/mm², tandis que les panneaux lourds de 900 kg/m³ ont une traction de 0,7 N/mm². Pour ces panneaux, il a étudié le comportement du matériau vis à vis du feu. Il a pu constater que les panneaux résistaient bien au feu. L'index de propagation du feu égal à 35 et la surface de propagation de la flamme permettent de classer ces derniers en classe 3 (norme BS 476 : Part 7).

La balle de riz et la bagasse peuvent servir dans la fabrication de briquettes (charbon biologique) (Maruyama, 1995). Ce type de combustible présente les avantages de produire peu de fumée, peu d'émission de produits soufrés et de permettre une bonne combustion. Des études ont également été menées au Pakistan et en Thaïlande et les résultats transférés au Népal. Il est envisagé de transférer cette technologie dans les pays en voie de développement. Une usine produisant ces briquettes a été mise en place en 1995 en Chine.

Singh et al. (1997) ont montré qu'on pouvait utiliser la cendre de balle de riz pour améliorer la cuisson du clinker. On peut aussi l'ajouter au clinker pour avoir du ciment Portland.

La balle de riz peut également être impliquée dans la fabrication de composites à base de thermoplastiques (Ahmad et al., 1994, 1995).

2. MATERIELS ET METHODES

2.1. Matières végétales

Les matières végétales proviennent des environs de Bobo-Dioulasso, capitale économique située à l'Ouest du Burkina. La balle de riz a été obtenue auprès de la Société Nationale de Décortilage du Riz (SONACOR) à Bobo-Dioulasso. La bagasse a été obtenue auprès de la Société Sucrière de la Comoé (SOSUCO) à Banfora, ville située à 85 km environ de Bobo-Dioulasso. Les tiges de cotonnier ont été ramassées dans les champs aux alentours de Bobo-Dioulasso, broyées avec un broyeur à couteaux puis tamisées au travers de deux grilles à mailles rondes de diamètre 3,5 et 5 mm. Toutes les matières végétales ont été séchées à l'étuve à 105°C avant utilisation.

2.2. Fabrication des panneaux

Différents essais de fabrication de panneaux ont été réalisés à différents endroits. Une partie des essais a été menée au Burkina Faso avec des caractérisations physiques réalisées à Poitiers, l'autre partie des essais a été réalisée à l'ENSTIB à Epinal.

2.2.1. Tests réalisés au Burkina Faso et à Poitiers

2.2.1.1. Colle utilisée

La colle utilisée est une colle de type urée-formol prête à l'emploi (Tempolite avec durcisseur).

2.2.1.2. Mélange des constituants

La biomasse (balle de riz, bagasse ou tige de cotonnier) est directement mélangée avec différentes proportions de colle UF et le tout mélangé manuellement.

2.2.1.3. Fabrication des panneaux

La pâte obtenue à la suite du malaxage manuel est placée dans un moule constitué d'un cadre de dimensions 240 par 240 mm, en cornières de 30 mm ainsi que de deux plaques d'acier de 8 mm d'épaisseur. De manière à répartir au mieux la pression exercée par le piston de la presse, la plaque supérieure est munie d'un renfort en croix. Le mélange est alors pressé à l'aide d'une presse hydraulique sous une pression de 100 bars.

2.2.1.4. Mesure de la conductivité thermique

Nous avons utilisé une cellule de mesure de type EI 700 qui emploie la méthode dite "des boîtes". Son avantage réside dans le fait qu'elle permet la mesure simultanée des trois caractéristiques nécessaires à l'évaluation des bilans thermiques : la conductivité thermique (λ), la diffusivité thermique (a) et la chaleur massique (C_p) et cela en très peu de temps. La méthode "des boîtes" est une méthode de régime permanent. Elle consiste à réaliser un écoulement de chaleur unidirectionnel, à travers un échantillon du matériau à tester, en effectuant les mesures après obtention du régime permanent. Seule la conductivité thermique a été mesurée pour les différents panneaux fabriqués. Une description complète de l'appareillage est donnée dans l'annexe 1, de même que les procédures de calcul.

2.2.2. Tests réalisés à Epinal

2.2.2.1. Colles utilisées

Nous avons utilisé trois types de colles : une colle mélamine-urée-formol (MUF), une colle de type polyisocyanate (PMDI) et une de type phénol-formol (PF). La colle MUF a été fournie par la Société Elf Atochem et possède un taux d'extrait sec de 64,8 %. Le durcisseur utilisé lors de sa mise en œuvre est le chlorure d'ammonium (NH_4Cl) à 25 % dans l'eau. La colle PMDI a été fournie par la société BAYER. La colle PF a été fabriquée sur place selon la procédure décrite ci-après.

Préparation de la colle phénol-formaldéhyde :

Dans un bécher d'un litre, on place 240 g de phénol préalablement chauffé pour le liquéfier, 200 g de soude à 30 % et 274,7 g de formaldéhyde. Le tout est porté à ébullition trente minutes, puis 269,8 g de formaldéhyde sont ajoutés progressivement sur une période de 20 minutes maximum. La température doit être contrôlée pour éviter une surchauffe excessive. La viscosité est contrôlée régulièrement pendant le chauffage pour éviter une polymérisation excessive de la colle. La méthode utilisée à cet effet consiste à mesurer le temps de progression d'une bulle de colle dans un tube à essais et à arrêter le chauffage lorsque la vitesse est proche de 3 secondes. Le rapport molaire P/F ainsi obtenu est de 1/2,5. La colle ainsi préparée est caractérisée par sa teneur en extrait sec, son temps de gel et sa viscosité selon la norme DIN 16916.

✓ Teneur en extrait sec : 3 g de colle sont pesés précisément puis placés dans une étuve à 135°C pendant une heure. La teneur en extrait sec (T) est alors calculée selon la formule :

$$T = \text{Masse de colle après étuvage} / \text{Masse de colle avant étuvage}$$

✓ Temps de gel : 10 g de colle sont placés dans un tube à essais et plongés dans un bain d'eau à 100°C. Le temps de gel est déterminé lorsque le milieu gélifie.

✓ Mesure de la viscosité : La viscosité a été mesurée avec un viscosimètre digital Brookfield DVII⁺. Le disque utilisé est un S21 et la vitesse de rotation est de 50 tours/min. Pour travailler toujours à la même température de 25°C, nous avons utilisé un bain d'eau thermostatée à 25°C $\pm 0,1^\circ\text{C}$ afin d'éviter les fluctuations intempestives de viscosité du mélange collant.

2.2.2.2. Fabrication des panneaux

La fabrication des panneaux se déroule en plusieurs étapes. La première étape concerne le mélange de la biomasse et de la colle qui est effectué à l'aide d'un malaxeur. Ensuite, la biomasse enrobée de colle est placée dans un moule de dimensions 350 par 310 mm que l'on presse manuellement pour avoir un ensemble solide. Après démoulage, la matière est placée entre deux plaques métalliques préalablement protégées par du papier aluminium avant d'être pressée. Le pressage est effectué selon un programme à trois cycles et dure 7,5 minutes au total. La pression initiale utilisée pendant le premier cycle est en général

de 51 bars et la température des plateaux de 195°C. La pression est abaissée d'un tiers pendant le second cycle puis d'un nouveau tiers pendant le troisième cycle. Après la période de pressage, le panneau obtenu est mis à refroidir pendant plusieurs heures avant de procéder à son démoulage, puis à son usinage notamment le ponçage et la découpe en échantillons de 50 x 50 x 13 cm pour les tests mécaniques.

2.2.2.3. Caractérisation des panneaux

Les essais de traction perpendiculaire sont réalisés suivant la norme DIN EN 119. Les panneaux sont découpés en morceaux de 50 x 50 mm, à raison d'une série de sept éprouvettes pour les essais de traction perpendiculaire à sec et une autre série de cinq éprouvettes pour l'épreuve de tenue à l'eau. Les caractéristiques des panneaux sont déterminées selon l'essai V20 pour les éprouvettes brutes et l'essai V100 modifié pour les éprouvettes humidifiées. Pour l'essai V100, les éprouvettes sont immergées dans l'eau bouillante pendant 2 heures, puis séchées durant 16 heures à 103°C avant d'être testées alors que dans le V100 normal, les échantillons sont testés mouillés. Les échantillons secs sont collés sur deux plaques métalliques à l'aide d'une colle thermoplastique "hot-melt" et le test de traction réalisé deux heures plus tard. Pour les deux essais (V20 et V100) les deux plaques métalliques auxquelles l'échantillon de panneau est collé, sont placées entre les mors d'une machine de traction. Nous obtenons les intensités de force de rupture qui sont alors transformées en contrainte de rupture.

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1. Evaluation des caractéristiques des panneaux réalisés au Burkina

Le matériel de mesures physico-mécaniques n'étant pas disponible au Burkina, nous avons surtout procédé à une évaluation qualitative faite visuellement pour apprécier la qualité et la résistance des panneaux fabriqués. Il ressort des résultats obtenus les premières conclusions suivantes :

- Les panneaux fabriqués à partir de tiges de cotonnier en utilisant 10 % de colle UF sont légers mais relativement fragiles. Ils prennent une teinte noire due probablement à la présence d'écorce.
- Les panneaux fabriqués à partir de balle de riz en utilisant 10 % de colle UF sont de teinte claire, denses mais extrêmement friables.
- Les panneaux fabriqués à partir de bagasse en utilisant 1 ou 10 % de colle UF sont de couleur beige plus ou moins foncé en fonction de la quantité de colle utilisée, très esthétiques et d'apparence rigide et dense. L'utilisation de 1 % de colle conduit à des panneaux moins cohérents et plus légers.

Un point important conditionnant l'utilisation de panneaux de particules dans la réalisation de constructions d'habitations au Burkina concerne les propriétés isolantes de ces derniers. C'est pourquoi, nous nous sommes attachés à mesurer les valeurs de conductivité thermique des panneaux réalisés. Ces valeurs ont été mesurées à Poitiers et sont rapportées dans le tableau 5 en même temps que certaines valeurs de référence extraites de la littérature.

Tableau 5. Conductivités thermiques des panneaux fabriqués et de différents matériaux

Valeurs mesurées	Valeurs de référence
Panneaux de particules à base de tiges de cotonnier (10 % de colle) : 0,10 W/°m à 0,15 W/°m	Chêne : 0,23 W/°m Peuplier : 0,15 W/°m Liège : 0,05 W/°m à 0,10 W/°m Verre : 1,2 W/°m
Panneaux de particules à base de bagasse (10 % de colle) : 0,10 W/°m à 0,15 W/°m	PVC : 0,16 W/°m Contre-plaqué : 0,12 W/°m
Panneaux de particules à base de bagasse (1 % de colle) : 0,04 W/°m à 0,08 W/°m	Contre-plaqué marine : 0,15 W/°m
Panneaux de particules à base de balle de riz (10 % de colle) : 0,04 W/°m à 0,08 W/°m	Panneaux de particules de bois : 0,10 W/°m à 0,17 W/°m suivant la densité Panneaux de particules de lin : 0,073 W/°m à 0,12 W/°m suivant la densité Polyuréthane expansé "Styrodur": 0,028 W/°m

D'après les valeurs mesurées, les panneaux fabriqués au cours de nos travaux ont de faibles valeurs de conductivité thermique comparables aux valeurs trouvées dans la littérature pour des panneaux à base de bois. Les valeurs trouvées pour les panneaux à base de tiges de cotonnier ou de bagasse comprises entre 0,10 et 0,15 W/°m sont équivalentes aux valeurs rapportées pour les panneaux de particules à base de bois comprises entre 0,10 W/°m et 0,17 W/°m. Elles restent cependant supérieures aux valeurs obtenues pour des matériaux comme le polyuréthane expansé, mais inférieures aux valeurs obtenues pour le bois massif. Les panneaux fabriqués à partir de balle de riz présentent les plus faibles conductivités thermiques mesurées.

La figure 9 rapporte la puissance dissipée en fonction de l'écart de température entre les deux faces du panneau et donne une bonne vision du positionnement des différents types de panneaux en terme de conductivité thermique.

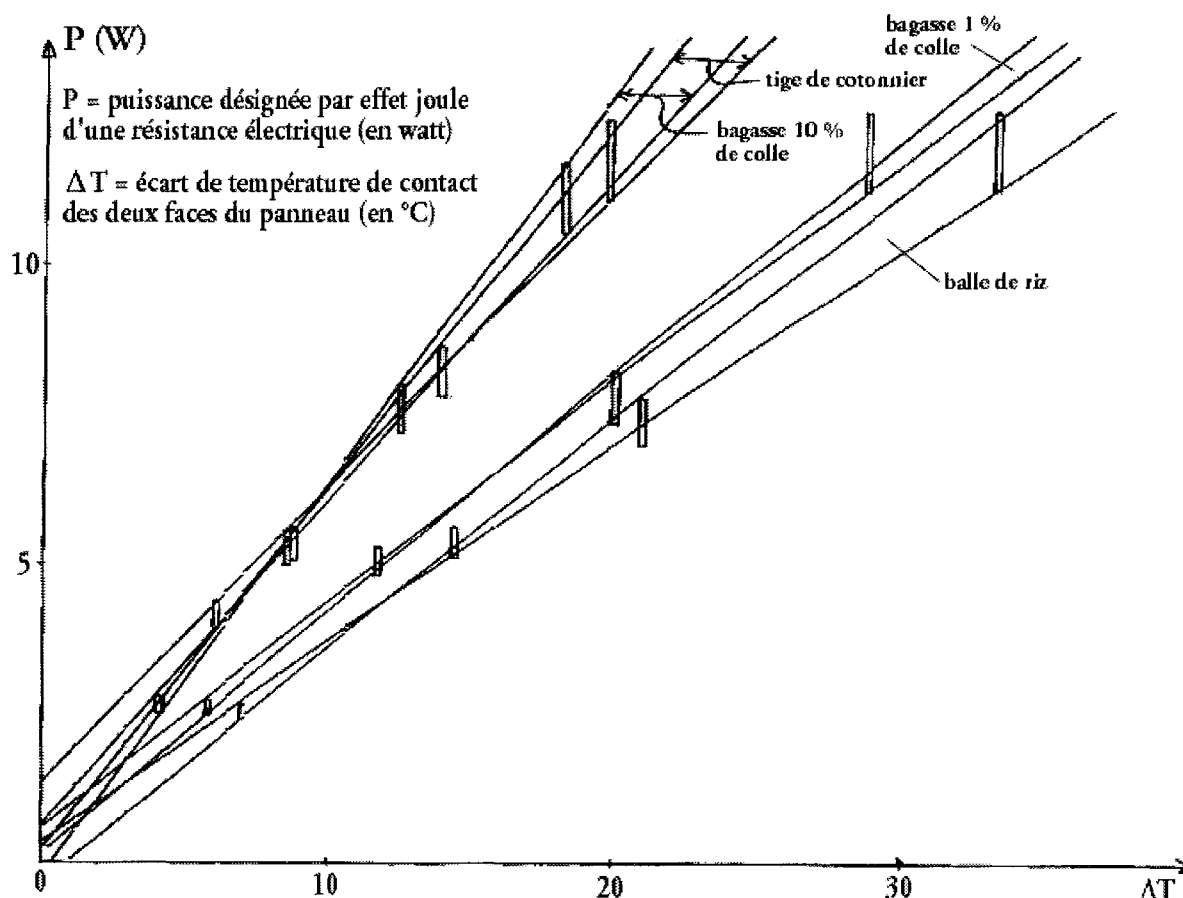


Figure 9. Puissance dissipée en fonction de l'écart de température

Les panneaux à base de bagasse ou de balle de riz utilisant peu de colle (1 %) présentent de faibles valeurs de puissance dissipée correspondant aux faibles valeurs de conductivité thermique mesurées précédemment. L'emploi de pourcentages plus élevés de colle conduit à des résultats moins satisfaisants au niveau de l'isolation thermique allant dans le sens opposé aux effets observés sur la qualité mécanique des panneaux. Un compromis entre ces deux tendances semble nécessaire pour obtenir de bons résultats globaux.

3.2. Evaluation des panneaux réalisés à Epinal

3.2.1. Caractéristiques des colles phénol/formol

Le tableau 6 regroupe les caractéristiques de différents échantillons des colles PF préparées au laboratoire pour réaliser les différents panneaux.

Tableau 6. Caractéristiques des colles PF fabriquées (1/2,5)

	Teneur de la résine en matière sèche (%)	Viscosité à 25°C (mPa.s)	Temps de gel (mn)
Echantillon 1	45	-	17
Echantillon 2	46	239	16
Echantillon 3	44	487	17
Echantillon 4	46	239	17
Echantillon 5	45	545	17
Echantillon 6	44	-	16
Echantillon 7	44	487	17

On peut constater que les valeurs des teneurs en matière sèche et des temps de gel sont quasiment constantes et reproductibles. La teneur moyenne en matière sèche est de 45 % et le temps de gel moyen de 16 mn. La viscosité à 25°C présente une variabilité plus importante d'un essai à l'autre. En effet, elle oscille entre 239 mPa.s et 545 mPa.s avec une valeur moyenne de 399 mPa.s.

3.2.2. Fabrication de panneaux à partir de balle de riz

Le tableau 7 rapporte l'ensemble des résultats obtenus lors de la fabrication de panneaux à partir de balle de riz en utilisant différentes sortes de colles. Il présente l'ensemble des tests effectués et les résultats obtenus, notamment la densité moyenne des échantillons testés, la résistance à la traction perpendiculaire (V20), le gonflement des panneaux après ébullition des échantillons puis séchage à l'étuve pendant 16 heures et la résistance à la traction de ces panneaux (Traction V100). A l'issue des tests nous avons réalisé quatre panneaux en utilisant la colle Phénol Formaldéhyde seul, sept panneaux en utilisant un mélange de colles Phénol Formaldéhyde et Isocyanate, un panneau en utilisant la colle Isocyanate seule et un panneau en utilisant de la colle Mélamine Urée Formol. Les moyennes obtenus sont calculées sur sept éprouvettes pour les essais V20 et sur cinq éprouvettes pour les essais V100 modifiés. Les écart-types des moyennes indiquées sont faibles ils sont de l'ordre de 3-4 %.

Tableau 7 . Caractéristiques des panneaux fabriqués à partir de balle de riz

Colle utilisée (%)	Densité des échantillons (kg/m ³)	Traction, V20 (MPa)	Gonflement (%)	Traction, V100 modifié (MPa)
PF (12 %)	555	-	-	-
PF (12 %)	649	0,078	-	-
PF (12 %)	733	0,064	-	-
PF (12 %)	745	0,135	31,8	-
PF/PMDI (9/1) (12 %)	739	0,165	-	-
PF/PMDI (9/1) (12 %)	725	faible	92,5	-
PF/PMDI (8/2) (12 %)	737	0,149	-	0,026
PF/PMDI (8/2) (12 %)	847	0,196	33,8	-
PF/PMDI (7/3) (12 %)	751	0,050	-	-
PF/PMDI (7/3) (12 %)	736	-	12,6	-
PF/PMDI (7/3) (12 %)	785	0,092	-	-
PF/PMDI (7/3) (12 %)	790	-	29,34	-
PMDI (12 %)	708	0,360	-	-
PMDI (12 %)	771	-	5,4	-
MUF (12 %)	745	0,086	150	-

Il est possible d'obtenir des panneaux de densité variable en fonction des quantités de matières végétales utilisées permettant ainsi d'obtenir des panneaux possédant une densité d'au moins 700 kg/m³ pour effectuer de façon complète les différents essais mécaniques.

L'emploi de colle PF conduit à de mauvais résultats nécessitant d'augmenter la quantité de matière pressée pour obtenir des panneaux permettant de réaliser l'essai de traction à sec, qui conduit de plus à une résistance très faible à la traction perpendiculaire (0,064 et 0,135 MPa).

Le gonflement, dont la mesure n'a été possible que sur un seul panneau, indique une valeur très élevée de 31,8 % traduisant une mauvaise résistance à l'humidité. La mesure de la traction perpendiculaire (V100 modifié) n'a pas pu être réalisée en raison de la friabilité du panneau. Les différentes valeurs mesurées sur les panneaux obtenus avec la colle PF et la balle de riz restent bien inférieures aux valeurs préconisées dans les normes indiquant la

mauvaise qualité des panneaux obtenus du fait d'un problème de prise entre la résine et la biomasse. Cette différence de comportement entre la balle de riz par rapport aux fibres de bois s'explique très probablement par la présence importante de silice modifiant les propriétés d'adhésion du matériau. Dans tous les cas, les panneaux à base de balle de riz et de colle PF présentent des problèmes d'adhésion entre les particules comme cela peut être constaté sur la figure 10.

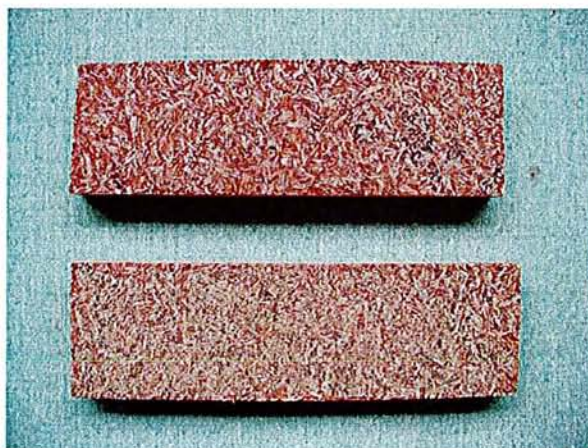


Figure 10. Panneaux à base de balle de riz et de colle PF

Nous avons ensuite envisagé l'utilisation de colles PMDI connues pour conduire à de bons résultats. Les résultats obtenus avec la colle PMDI seule indiquent une densité moyenne de 708 kg/m^3 et une bonne valeur de résistance à la traction perpendiculaire (V20) de $0,36 \text{ Mpa}$. Le gonflement est également réduit puisqu'il n'est que de $5,4 \%$ indiquant une résistance bien meilleure des panneaux à l'humidité. Si on rapproche ces valeurs de celles exigées par les normes européennes (tableau 2, page 17), on peut dire que ces résultats sont conformes aux normes en vigueur. Pour tenter de réduire le coût de fabrication des panneaux, nous avons envisagé l'utilisation de mélanges PF/PMDI.

Contrairement aux résultats attendus, l'ajout de colle PMDI à la colle PF n'améliore pas considérablement les résultats obtenus. Des résultats similaires, voire légèrement supérieurs, sont obtenus pour les mélanges 9/1, alors que les mélanges 8/2 et 7/3 donnent des résultats de moins en moins bons à l'essai V20. L'augmentation de la quantité de PMDI a, par contre, un effet très net sur la résistance à l'humidité, cette dernière augmentant proportionnellement avec la quantité d'isocyanate utilisée.

L'utilisation des solvants pour prétraiter la balle de riz n'a pas d'effet bénéfique sur la qualité des panneaux comme cela avait été rapporté dans la littérature (Ajiwe et al, 1998). En effet, suite à un lavage préalable pendant 16 h avec une solution de soude à 30 % de la balle de riz, nous avons obtenu une transformation de la balle de riz en poudre, qui conduit à des panneaux de mauvaise qualité, colorés (coloration jaune foncé) et très friables (figure 11).



Figure 11. Panneau à base de balle de riz prétraitée à la soude et de colle PF

Nous avons également fabriqué un panneau à base de balle de riz avec de la résine mélamine urée-formol en utilisant comme durcisseur NH_4Cl . Nous avons obtenu un panneau de densité 745 kg/m^3 . La traction perpendiculaire à sec (V20) est faible ($0,086 \text{ MPa}$) et la tenue à l'humidité très mauvaise. Nous avons obtenu un gonflement après ébullition de l'ordre de 150 % !

3.2.3. Fabrication de panneaux à partir de bagasse

Le tableau 8 rapporte l'ensemble des résultats obtenus lors de la fabrication de panneaux à partir de bagasse en utilisant différentes sortes de colles. A l'issue des tests nous avons réalisé quatre panneaux en utilisant la colle Phénol Formaldéhyde, huit panneaux en utilisant un mélange de colles Phénol-Formaldéhyde et Isocyanate, deux panneaux en utilisant la colle Isocyanate et un panneau en utilisant de la colle Mélamine Urée Formol. Les moyennes obtenus sont calculées sur sept éprouvettes pour les essais V20 et sur cinq éprouvettes pour les essais V100 modifié. Les écart-types des moyennes indiquées sont faibles, ils sont de l'ordre de 3-4 %.

Tableau 8. Caractéristiques des panneaux fabriqués à partir de bagasse

Colle utilisée (%)	Densité des échantillons (kg/m ³)	Traction, V20 (MPa)	Gonflement (%)	Traction, V100 modifié (MPa)
PF (12 %)	818	0,450	-	-
PF (12 %)	828	-	22	0,213
PF (12 %)	809	0,357	-	-
PF (12 %)	773	-	16,7	0,286
PF/PMDI (9/1) (12 %)	847	0,432	-	-
PF/PMDI (9/1) (12 %)	802	-	24,8	0,16
PF/PMDI (8/2) (12 %)	790	0,355		
PF/PMDI (8/2) (12 %)	716	-	28,7	0,11
PF/PMDI (7/3) (12 %)	803	0,394	-	-
PF/PMDI (7/3) (12 %)	724	-	38	0,095
PF/PMDI (7/3) (12 %)	860	0,433	-	-
PF/PMDI (7/3) (12 %)	811	-	26,8	0,15
PMDI (12 %)	713	0,916	-	-
PMDI (12 %)	690	-	6,08	0,749
MUF (12 %)	745	0,283	46	-

Contrairement aux résultats obtenus avec la balle de riz, l'emploi de colle PF permet d'obtenir de bien meilleurs résultats quant à la qualité des panneaux fabriqués (figure 12).



Figure 12. Panneaux à base de bagasse et de colle PF

Nous avons travaillé sur des échantillons obtenus à partir de deux panneaux de densité moyenne de 818 kg/m^3 pour le premier et 809 kg/m^3 pour le second. Les valeurs de résistance à la traction (V20) sont respectivement de 0,45 MPa et 0,35 MPa, ce qui traduit de bonnes propriétés mécaniques et une meilleure cohésion entre la colle et la matière végétale. Les essais de gonflement indiquent des valeurs de 22 % et 16,7 %, montrant une certaine résistance à l'humidité, qui reste cependant inférieures aux valeurs obtenues avec la colle PMDI et la balle de riz. Les essais de traction après ébullition (V100 modifié) conduisent à des valeurs inférieures à celles obtenues avec l'essai V20, mais traduisent tout de même une certaine résistance des panneaux au gonflement.

L'utilisation de colle PMDI conduit à nouveau à de très bons résultats. Pour des échantillons de densité égale à 713 kg/m^3 , les valeurs de résistance à la traction perpendiculaire sont de 0,91 MPa pour l'essai V20 et 0,74 MPa pour l'essai V100. La tenue à l'eau est également excellente puisque le gonflement n'est que de 6,08 %.

L'utilisation de mélanges de PF/PMDI conduit comme dans le cas de la balle de riz à des résultats décevants. La résistance à la traction perpendiculaire, n'est pas profondément modifiée par l'emploi de mélanges de colles aussi bien lors de l'essai V20 que de l'essai V100. En effet, on obtient dans tous les cas une valeur proche de 0,4 MPa pour l'essai V20, alors que les valeurs obtenues pour l'essai V100 semblent diminuer avec l'ajout de PMDI à la résine PF. Contrairement à ce qui avait été observé avec la balle de riz, les valeurs de gonflement ne sont pas améliorées par rapport à la PF seule.

De même que pour la balle de riz, un panneau à base de bagasse a été fabriqué avec de la colle mélamine urée-formol. La résistance à la traction perpendiculaire à sec est moyenne (0,283 MPa) mais nettement supérieure à celle obtenue avec la balle de riz. La tenue à l'eau est ici aussi mauvaise (gonflement d'environ 46 %).

4. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les essais menés ont permis dans un premier temps de fabriquer des panneaux au Burkina. Nous avons utilisé pour cela de la colle urée-formol avec diverses matières végétales (tiges de cotonnier, bagasse de canne à sucre et balle de riz). L'appréciation des panneaux, bien qu'étant seulement qualitative (rigidité au toucher, couleur), a permis de conclure à la faisabilité de panneaux à partir de ces matières.

Des essais plus systématiques ont ensuite porté sur les mesures de conductivité thermique et ont permis de mettre en évidence que les panneaux fabriqués présentaient des propriétés de conductivité thermique comparables à différents matériaux de référence (liège, panneaux de particules de lin, polyuréthane expansé, etc...) utilisés pour l'isolation thermique dans les bâtiments. La balle de riz semble avoir les meilleures propriétés de conductivité thermique par rapport à la bagasse et aux tiges de cotonnier.

La suite des essais effectués à l'ENSTIB devait permettre de confirmer la faisabilité technique des panneaux. Cette étape a permis de tester plusieurs types de colles (phénol-formaldéhyde, isocyanate, mélamine urée-formol) ainsi que des mélanges de colles utilisés dans le but de réduire les coûts du traitement.

Les résultats obtenus permettent de définir des conclusions assez nettes. La première concerne la supériorité de la bagasse par rapport à la balle de riz dans la fabrication de tels composites. En effet, pour des conditions de collage équivalentes, nous avons toujours observé un meilleur comportement des panneaux à base de bagasse lors des différents essais mécaniques réalisés comparativement à la balle de riz. La deuxième conclusion concerne le choix de la colle et rejoint les résultats rapportés dans la littérature pour les panneaux à base de bois. La colle PMDI est de loin la meilleure pour obtenir des panneaux possédant de bonnes propriétés mécaniques et une bonne résistance à l'humidité. Les résines PF conduisent à de bons résultats également à condition d'utiliser les panneaux fabriqués pour des utilisations intérieures, où ils seront à l'abri de l'humidité. Les mélanges de colles que nous avons envisagés pour essayer de réduire le coût du collage lié au prix assez élevé des résines PMDI tout en gardant une bonne résistance à l'humidité n'ont pas donné de résultats probants. Une explication de ces mauvais résultats est très probablement liée à l'hydrolyse de

la résine isocyanate utilisée en faible quantité avec la résine PF, qui ne permettrait pas d'améliorer les propriétés des panneaux fabriqués.

Au regard des résultats satisfaisants obtenus particulièrement avec la bagasse de canne à sucre, il est possible d'envisager de passer à une échelle industrielle pour la réalisation des panneaux au Burkina, d'autant plus qu'une étude préliminaire a montrée la faisabilité économique. Il sera utile de mettre l'accent sur le choix des colles à mettre en œuvre et de développer des études sur les colles naturelles disponibles au Burkina.

RECHERCHE DE NOUVEAUX AGENTS DE PRÉSERVATION DU BOIS

1. INTRODUCTION

La seconde partie de ce travail est axée vers la compréhension de la durabilité naturelle de certaines essences indigènes du Burkina Faso dans le but de découvrir de nouvelles molécules ou familles de molécules pouvant être utilisées dans la préservation du bois.

Au Burkina Faso, le bois est utilisé pour la construction d'habitations ou de locaux à vocation agricole (hangars, greniers, enclos à bétail). Ces différents ouvrages sont exposés aux intempéries, subissant des alternances de périodes humides et de périodes sèches, ainsi qu'aux agressions biologiques de toutes sortes (champignons et insectes dont principalement les termites). L'utilisation de techniques de préservation classiques impliquant l'imprégnation de produits chimiques dans le bois se heurte à de nombreux problèmes techniques et économiques ayant recours à des techniques plus rudimentaires ou l'emploi d'essences à forte durabilité naturelle.

La première partie de notre travail, réalisée sur le terrain au Burkina Faso, a consisté à effectuer une étude préliminaire visant à identifier les savoirs locaux dans le domaine de la préservation du bois. Ce travail s'est déroulé sous forme d'enquêtes (cf. fiche en annexe) et recense les espèces de bois, leurs utilisations, et les techniques locales de conservation des bois. Les enquêtes ont été réalisées dans des villages se situant autour de la ville de Léo localisée au sud du Burkina et présentent une pluviosité annuelle de l'ordre de 1000 à 1200 mm. Il existe dans cette région des forêts claires avec de grands arbres (hauteur supérieure à 20 m). Les groupes participant à nos entretiens comportaient en moyenne 8 à 10 personnes. Le tableau présenté ci-dessous rassemble les principales espèces utilisées comme bois d'œuvre en construction.

Tableau 1. Principales espèces de bois d'œuvre utilisées en construction

Espèces	Maisons		Hangars		Greniers	
	Poutres	Traverses	Supports	Traverses	Supports	Planchers
<i>Burkea africana</i>	x		x			x
<i>Khaya senegalensis</i>	x	x	x			
<i>Pterocarpus erinaceus</i>	x	x	x			x
<i>Prosopis africana</i>	x	x	x			
<i>Butyrospermum paradoxum</i>	x	x	x			
<i>Anogeissus leiocarpus</i>	x	x	x	x	x	
<i>Terminalia avicennioides</i>		x		x	x	
<i>Terminalia macroptera</i>		x		x	x	
<i>Detarium microcarpum</i>		x		x		
<i>Crossopteryx febrifuga</i>		x		x		
<i>Afromosia laxiflora</i>		x				x
<i>Pteleopsis suberosa</i>		x	x	x	x	
<i>Mitragyna inermis</i>		x		x		
<i>Himenocardia acida</i>		x		x	x	
<i>Diospyros mespiliformis</i>			x	x	x	
<i>Azadirachta indica</i>	x	x	x	x	x	

On constate que pour les bois d'oeuvre, les espèces préférées pour les poutres et les supports de hangars sont : *Burkea africana*, *Khaya senegalensis*, *Prosopis africana*, *Pterocarpus erinaceus* et *Anogeissus leiocarpus*. Les bois ronds, ou fendus, utilisés comme traverses varient d'une localité à l'autre et correspondent à de très nombreuses espèces : *Terminalia macroptera*, *Terminalia avicennioides*, *Butyrospermum paradoxum*, *Khaya senegalensis*, *Detarium microcarpum*, *Afromosia laxiflora*, *Pterocarpus erinaceus*, *Prosopis africana*, *Detarium microcarpum*, *Mitragyna inermis*, *Himenocardia acida*, *Crossopteryx febrifuga*, *Anogeissus leiocarpus*, *Pteleopsis suberosa*. Les greniers en pailles tressées sont soutenus avec des perches de *Terminalia avicennioides*, *Terminalia macroptera*, *Diospyros mespiliformis*. Les portes sont souvent fabriquées avec des planches de *Pterocarpus erinaceus* ou *Azadirachta indica*.

Les espèces utilisées pour d'autres applications que la construction sont nombreuses et très variées d'une zone à l'autre (tableau 2).

Tableau 2. Espèces utilisées pour d'autres applications que la construction

Espèces	Mortiers	Pilons	Bancs	Escabeaux	Chaises	Masques	Dabas
<i>Khaya senegalensis</i>	x			x			x
<i>Pterocarpus erinaceus</i>			x	x	x		
<i>Anogeissus leiocarpus</i>							x
<i>Terminalia avicennioïdes</i>		x					x
<i>Terminalia macroptera</i>		x					x
<i>Butyrospermum paradoxum</i>	x			x			x
<i>Pteleopsis suberosa</i>		x			x		
<i>Mitragyna inermis</i>					x		
<i>Himenocardia acida</i>		x					x
<i>Daniela oliveri</i>	x				x		
<i>Bombax costatum</i>			x			x	
<i>Lannea acida</i>		x	x			x	
<i>Acacia dudgeonii</i>		x					x
<i>Acacia sieberana</i>		x					x
<i>Pseudocedrela kotchyi</i>	x	x		x			
<i>Azalia africana</i>	x		x	x			x
<i>Quassia undulata</i>						x	
<i>Ficus gnaphalocarpa</i>	x		x				
<i>Diospyros mespiliformis</i>		x					x
<i>Azadirachta indica</i>		x		x	x		x

Parmi les groupes de personnes questionnées, il ressort régulièrement que les espèces suivantes : *Burkea africana*, *Pterocarpus erinaceus*, *Prosopis africana*, *Afrormosai laxiflora*, *Khaya senegalensis*, *Himenocardia acida* et *Terminalia macroptera* sont considérées comme étant les plus durables.

Concernant les techniques locales de préservation du bois, nous avons retrouvé des pratiques et des idées reçues communes à d'autres pays. Parmi, les pratiques connues dans d'autres pays, on peut citer : la préservation du bois par séchage, l'utilisation du bois sans aubier, la torréfaction superficielle du bois pratiquée en brûlant des herbes et des branchages sur le tronc humide, badigeonnage avec des produits de fortune tels que les huiles de vidange. Parmi les idées reçues, on peut citer les pratiques qui consistent à ne jamais couper les bois d'œuvre en saison pluvieuse (connues sous le nom de hivernage au Burkina), ainsi que

d'éviter la coupe du bois en pleine lune. En plus de ces techniques et précautions locales, des produits issus de plantes ou d'activité telle l'extraction du beurre de karité sont utilisés par les populations locales. Différentes décoctions, obtenues suite à la macération de graines de swartzia ou de *Cassia siberriana* servent à badigeonner et traiter le bois. Le résidu gras pâteux issu de la fabrication du beurre de karité sert à badigeonner les parois des greniers en banco. La décoction d'une herbacée du genre *Digitaria* était beaucoup utilisée mais l'herbe a quasiment disparu actuellement.

Suite à cette enquête, il nous a semblé intéressant d'étudier la durabilité naturelle de certaines essences du Burkina pour tenter de trouver de nouveaux produits de préservation du bois. L'objectif de ce travail est de détecter, de séparer et d'identifier les principes actifs responsables de la durabilité afin de pouvoir dans un deuxième temps envisager leurs synthèses si ces dernières sont techniquement et économiquement réalisables. Suite aux réponses obtenues lors de notre enquête en milieu rural, notre choix s'est porté sur trois essences : *Burkea africana*, *Pterocarpus erinaceus*, *Prosopis africana*.

2. RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

2.1. Notion de durabilité naturelle des bois

La durabilité naturelle du bois est sa faculté de conservation dans un emploi défini, en l'absence de tout traitement chimique. C'est une qualité essentielle du bois. En effet, certaines essences développent une excellente résistance à la biodégradation grâce à des mécanismes de défense actifs ou passifs impliquant la formation de barrière physique ou chimique (Merril, 1992). Cette résistance est due à la présence d'extractibles toxiques qui, même en petites quantités, jouent un rôle capital. Hawley et al (1924) furent les premiers chercheurs à montrer la relation entre les extractibles et la durabilité naturelle du bois.

La thèse de Roussel-Bousta (2000) montre bien que la durabilité naturelle a été exploitée il y a très longtemps. Le teck (*Tectoria grandis*) était utilisé en 4000 avant J.C. pour la construction de maisons et de bateaux à cause de sa résistance à la biodégradation des champignons, à l'attaque des insectes térébrants et aussi pour sa stabilité dimensionnelle après séchage (Sanderman, 1966). Au 10^e siècle avant J.C., le bois de cèdre du Liban (*Cedrus libani*) fut utilisé pour la construction du temple de Salomon à Jérusalem du fait de sa durabilité naturelle mais aussi de sa taille et de sa densité (Edlin, 1963). En Chine, les places de Beihing étaient constituées essentiellement avec l'essence appelée *Persea nan-mu* et dès le début du 15^e siècle, le nan-mu était utilisé pour la fabrication des tombeaux Ming (Shaw, 1914). Les églises de Norvège, encore en excellent état de conservation depuis plus de 800 ans, ont été construites avec du bois de résineux (Aune et al., 1983). Les royautés égyptiennes utilisaient l'ébène provenant d'Ethiopie et du sud de l'Inde pour leur ameublement mais aussi pour les tombeaux comme par exemple celui du roi Tut-Ankh-Amon décédé en 1350 avant J.C. (Lucas, 1962).

On distingue généralement trois catégories de bois en fonction de leur durabilité : les bois très durables ayant une durée de vie supérieure à 15 ans, les bois moyennement durables ayant une durée de vie comprise entre 10 et 15 ans et les bois non durables ayant une durée de vie inférieure à 10 ans. Une liste d'essences européennes et nord-américaines est décrite dans le tableau 3.

Tableau 3. Comportement de quelques essences natives d'Amérique du Nord et d'Europe vis à vis de leur résistance à la biodégradation (Roussel/Bousta, 2000)

Résistant	Modérément résistant	Peu ou non résistant
Red Cedar (<i>Thuja plicata</i>)	Cyprès (jeune)	Aulne
Cyprès (âgé) d'Arizona	Sapin Douglas	Frêne
Cèdre	Mélèze	Peuplier
Cèdre à encens (<i>Librocedrus</i> ou <i>Calocedrus decurrens</i>)	Pin (<i>Pinus contorta</i>)	Hêtre
Cerisier	Tamarak	Bouleau
Châtaignier	Noyer (<i>Juglas nigra</i>)	Cotonnier
Genevrier		Orme
Robinier (<i>Robinia pseudoacacia</i>)		Noyer blanc d'Amérique
Mûrier		Magnolia
Chêne		Erable
Sequoïa		Chêne rouvre
Sassafras		Pin
If		Epicéa
Osage-orange (<i>Maclura ponifera</i>)		Sapin
		Saule

2.2. Connaissances sur les espèces de bois sélectionnées

Les descriptions qui suivent proviennent essentiellement d'un ouvrage intitulé "Flore forestière soudano-guinéenne" rédigé par Aubreville en 1950. Les trois espèces retenues proviennent du Burkina Faso, mais sont également présentes dans d'autres pays d'Afrique situés de part et d'autre de l'équateur, caractérisés par la présence de forêts claires et de savanes arbustives (Figure 1).

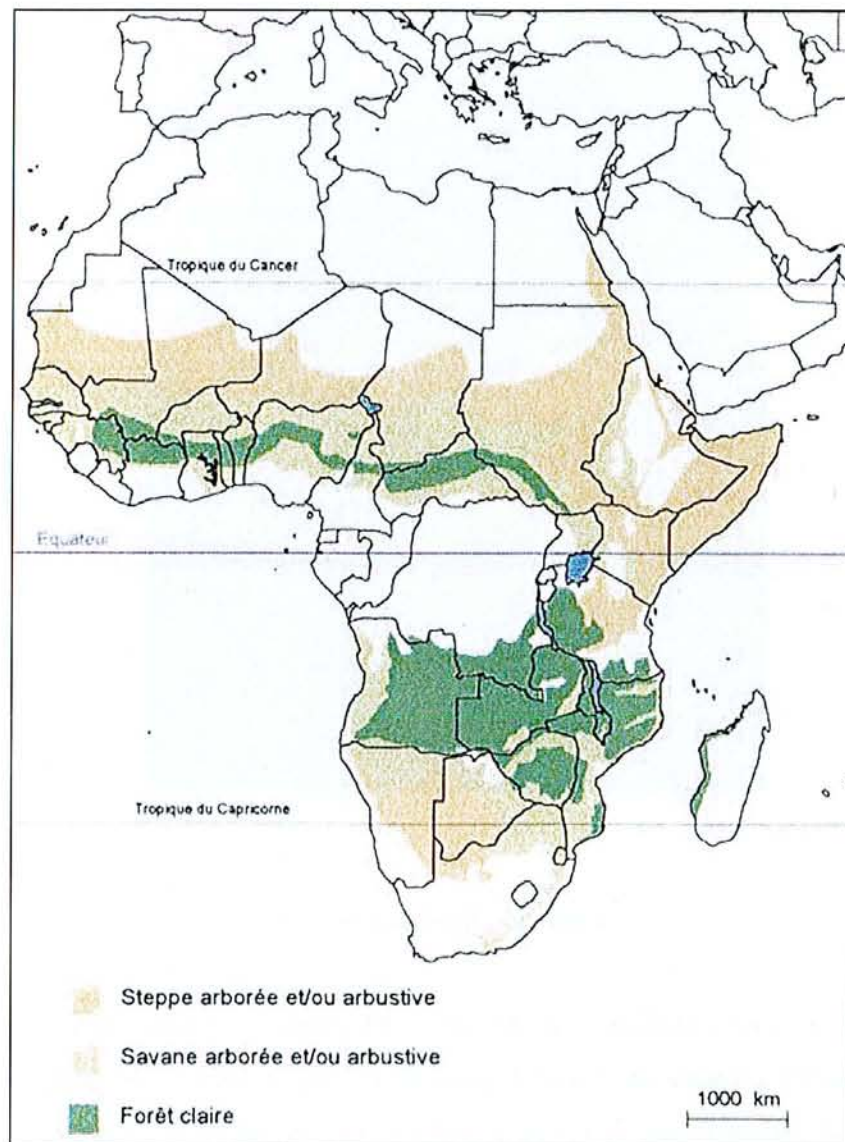


Figure 1. Aires de répartition des trois espèces étudiées

2.2.1. *Burkea africana* Hook - *Caesalpiniaceae*

Burkea africana (figure 2) est une essence panafricaine, répandue du nord-est du Transvaal au Sénégal, de l'Angola à l'Ouganda, constituant un des éléments principaux des forêts sèches, denses ou claires de l'Afrique à longue saison sèche.

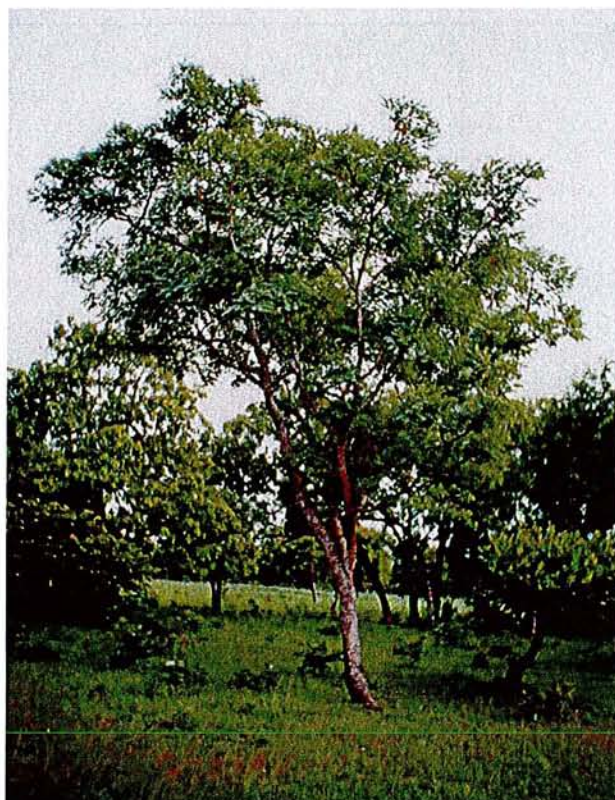


Figure 2. *Burkea africana*

L'arbre mesure ordinairement de 10 à 12 mètres de haut, mais peut atteindre 15 mètres. L'écorce présente un aspect de peau de crocodile. Le bois est brun foncé ou brun rougeâtre. L'aubier, avec une striation onduleuse et des rangées concentriques de pores remplis de gomme, rassemble des couches annuelles dues probablement à la formation saisonnière de la gomme une ou deux fois par an.

Le bois est très dur et durable, difficile à usiner mais prend le vernis en fine couche. Il est résistant contre les attaques des insectes et tout particulièrement contre les termites. Il sert à la fabrication de manches d'outils et de divers ustensiles. Il est aussi approprié pour la construction locale où il est utilisé pour réaliser des charpentes. En Angola, il sert de cales pour les wagons et est utilisé pour fabriquer des traverses de chemin de fer en Afrique de l'Est.

L'écorce et la gousse du fruit contiennent du tannin, qui n'est pas présent dans les graines. Au Nord Nigeria, l'écorce est souvent utilisée pour extraire le tannin. Certaines tribus sud africaines utilisent à la fois l'écorce et le fruit pour capturer les poissons (Watt et Breyer-Brandwijk, 1962).

2.2.2. *Prosopis africana* Taub Mimosaceae)

Grand arbre originaire et caractéristique des forêts sèches denses à légumineuses, il s'est largement répandu dans toutes les savanes boisées et forêts claires, depuis la zone sahélo-soudanaise jusque dans la zone soudano-guinéenne. Il est parfois abondant, jamais grégaire. Sa croissance est rapide bien qu'ayant un bois très dur. Ce bois est pratiquement imputrescible, de sorte que dans des défrichements, les arbres morts demeurent debout jusqu'à ce qu'ils soient à la longue calcinés par les feux de brousse. L'arbre peut mesurer de 7 à 15 m de haut.



Figure 3. *Prosopis africana*

Le bois, de couleur brun jaune à brun rougeâtre sombre, a une striation fine et régulière. L'aubier a une couleur qui varie du blanc au gris à brun clair. Il est très dur et lourd, cassant, difficile à raboter et à usiner. Il est dur au point de pouvoir désaffûter une hache ; ainsi, en Gambie, il a été surnommé "le bois fer". Il est considéré comme l'un des meilleurs bois, résistant aux attaques des insectes térébrants et des termites. Il a des usages variés dans plusieurs pays de l'Ouest du Soudan pour fabriquer mortiers, pilons, chaises... Au Nord Nigeria, il est utilisé comme accessoires dans les grandes maisons. En Europe, il est adapté

pour l'ameublement, le charronnage, la construction des bateaux, les charpentes, etc. Il est très adapté pour les travaux exposés à l'humidité. Au Togo, il est utilisé comme traverses de chemin de fer. Dans l'Ouest et l'Est du Soudan, le charbon fait avec ce bois est particulièrement apprécié par les forgerons. Les gousses sont utilisées dans l'Est du Soudan pour empoisonner des poissons ; elles contiennent apparemment des tannins et le bétail ne les mange pas.

L'écorce est souvent utilisée pour le tannage en Guinée Conakry, au Nord Nigeria et aussi dans l'Est du Soudan. L'écorce de l'arbre dans l'Est du Soudan contient 14-16 % de tannin et est donc une matière colorante qui donne la teinte brun rougeâtre au cuir. La tribu Batu au Cameroun utilise l'écorce pour confectionner des vêtements rougeâtres.

2.2.3. Pterocarpus erinaceus Poir – Papilionaceae (Fabaceae)

Cet arbre, qui fournit le bois de vène ou palissandre du Sénégal, est un des plus beaux bois d'ébénisterie des forêts sèches guinéennes, et est extrêmement répandu en Afrique occidentale. Sa zone de répartition s'étend depuis le sud du Sénégal jusque dans l'Ouest de la République Centre Afrique. L'arbre peut atteindre 12 mètres de haut.



Figure 4. *Pterocarpus erinaceus*

La couleur du bois varie du brun-rouge au rouge-rose. Ce bois est classé comme bois rose occasionnellement, finement marqué par des cernes annuels. Quand les cernes sont larges, il est approprié pour les travaux d'ameublement et de charpente. Ses propriétés de dureté et d'élasticité font qu'il est utilisé comme support durable dans les maisons, mortiers, pilons, pagaies... Les racines sont employées pour la confection des arcs et l'écorce pour extraire des tannins utilisés pour le tannage.

2.3. Rôle des substances extractibles

2.3.1. Variabilité de la résistance du bois à la biodégradation

La durabilité naturelle d'un bois est très souvent liée à la présence de matières extractibles ayant différentes propriétés, en particulier fongicides ou insecticides. Les substances chimiques constituant les extractibles varient selon les espèces et appartiennent à différentes familles de composés chimiques dont les plus importantes sont les cires, les graisses, les terpènes, les lignanes, les flavonoïdes et les tannins.

Certaines essences, telles que *Maclura ponifera* et *Robinia pseudoacacia* contiennent seulement un ou deux constituants toxiques pour les champignons, souvent en faible quantité, qui leur confèrent une grande durabilité (Scheffer et Cowling, 1966 ; Wang et Hart, 1970 ; Smith et al., 1989a ; Smith et al., 1989b). Ces espèces possèdent des bois de cœur presque aussi durables que les bois traités avec des agents de préservation chimique.

Taiwania cryptomerisides est classé comme une espèce d'excellente durabilité au niveau de la résistance à la biodégradation. Ses extraits à activité antifongique élevée (Chang et al., 1999) contiennent plusieurs types d'extractibles dont 11 lignanes, 8 flavonoïdes, 21 sesquiterpénoïdes, 18 diterpénoïdes, 3 constituants lipidiques, 2 cyclitols et 1 stéroïde (Wang et al., 1997).

D'autres espèces contiennent aussi un certain nombre de constituants fongitoxiques appartenant au groupe des polyphénols (stilbènes et ellagitanins), comme chez *Librocedrus* (ou *Calocedrus*) *decurrens* (Hart et Hillis, 1974 ; Anderson et al., 1963). L'association de ces composés peut agir en synergie et créer un environnement inhibiteur à l'invasion fongique.

Le bois de rose (*Anida parviflora*) et le Grignon franc (*Ocotea rabea*) sont des essences tropicales guyanaises de la famille des *Lauraceae* classées très résistantes. Nous pouvons citer les travaux de Fouquet et Clément (1999) sur la lutte contre les termites, par des moyens non polluants à l'aide d'huiles essentielles naturelles incluses dans les vacuoles à huiles parenchymateuses de ces essences tropicales. Ces composés sont répulsifs ou anti-appétents et constituent la base des matières actives permettant de remplacer les anciennes formulations (aldrine, lindane) néfastes pour la santé des populations et l'environnement. Les extraits méthanoliques sont les plus intéressants ; ils ont un effet répulsif dans le cas du bois de Grignon et une toxicité de contact ou un effet anti-appétent dans le cas du bois de rose. Cependant les molécules responsables de ces effets n'ont pas encore été identifiées.

La durabilité naturelle de certains bois comme le White cypress pine (*Callitris glaucophylla*), qui est résistant aux termites et aux attaques fongiques du fait de la présence d'extractibles (acide citronellique, guaiol) dans son bois de cœur, est aussi exploitée pour la fabrication de panneaux de particules (Evans et al., 1977).

La concentration en extractibles est aussi importante que la nature chimique de ces derniers. En effet, le bois non durable d'*Eucalyptus regnans* contient les mêmes composés (tannins) que ceux du bois durable d'*E. microcorys* et *E. triantha*, mais la concentration chez *E. regnans* est beaucoup plus faible que dans les autres espèces (Rudman, 1962).

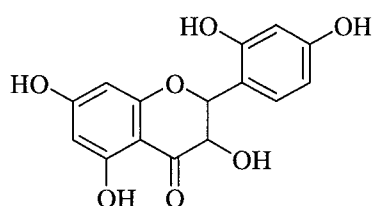
Des arbres de même espèce peuvent présenter des variations considérables de résistance à la biodégradation, même s'ils sont cultivés sur un même site (Hart, 1982). Cette variation est souvent attribuée à une variation génétique.

2.3.2. Nature chimique des extractibles impliqués dans la durabilité

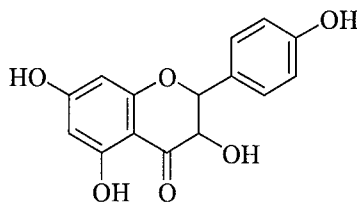
Bien que dans la plupart des cas, les substances extractibles agissent en synergie, certaines d'entre elles ont été isolées et leurs propriétés fongicides ou insecticides mises en évidence.

2.3.2.1. Les flavonoïdes

En 1995 Schultz a attribué la durabilité du faux acacia à la présence de la dihydromorine et du dihydrokaempférol. La dihydromorine a aussi été mise en évidence dans le Difou (*Morus mesozygia*) essence tropicale particulièrement durable (Déon et al., 1980).

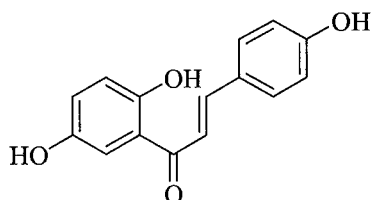


Dihydromorine

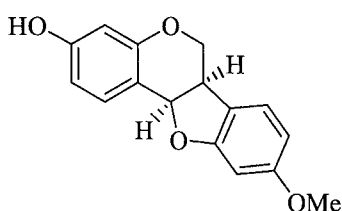


Dihydrokaempférol

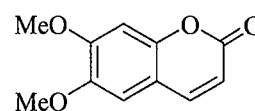
D'autres chercheurs (Reyes-Chilpa et al., 1998) ont travaillé sur une légumineuse *Platymiscium yucatanum* Standley. Ils ont montré que cinq composés étaient responsables de la durabilité dont deux, la 4,2',5'-trihydroxychalcone et la (+)-médicarpine étaient particulièrement actives contre les pourritures brune et blanche telles que *L. trabea* et *C. versicolor*. L'éther diméthylque de l'aesculétine est quant à lui uniquement actif sur *C. versicolor*.



4, 2', 5'-trihydroxychalcone

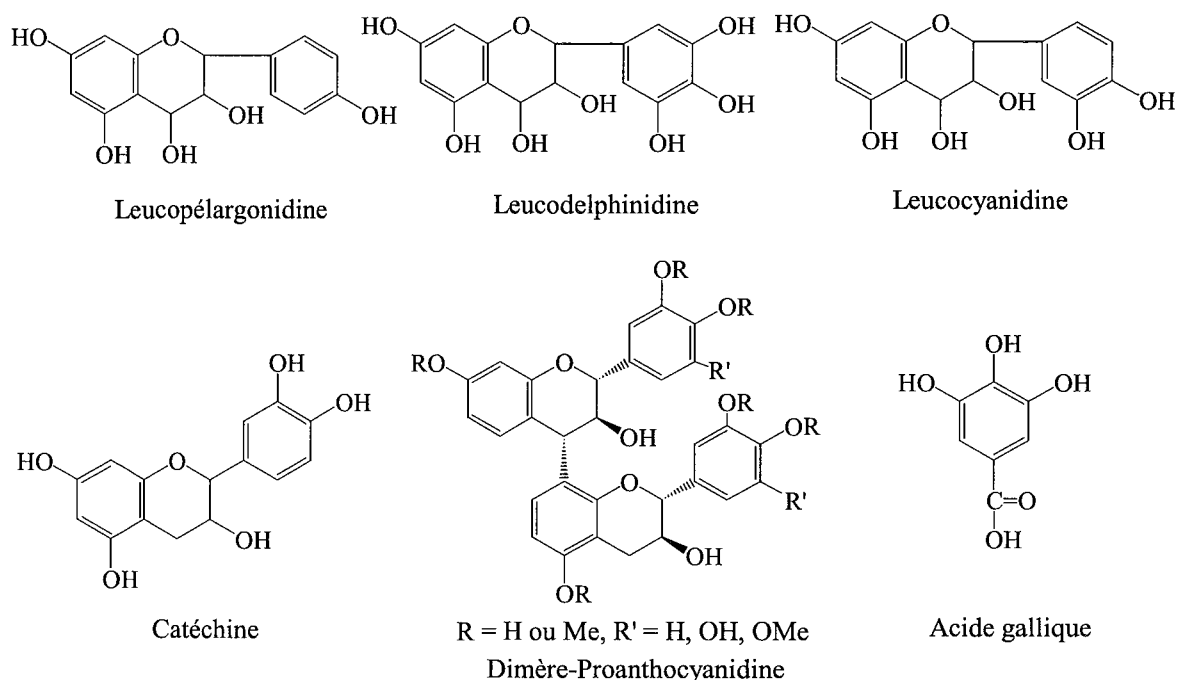


(+) - medicarpine



Aesculetine diméthyl éther

La durabilité naturelle des écorces est due à la présence de composés tels que la (D)-gallocatéchine, la (D)-catéchine, la leucopelargonidine, la leucocyanidine, la leucodelphinidine, l'acide gallique, ainsi que de nombreux tannins condensés (Harun et Labosky, 1985). Les tannins condensés de l'*Acacia mearnsii* présentent également une activité anti-termite importante en inhibant le système enzymatique par la proanthocyanidine (Ohara et al., 1994).



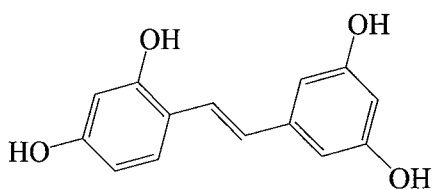
Le rôle des flavonoïdes dans la résistance à la biodégradation est très variable selon la substance et la souche de champignon utilisées pour tester les propriétés antifongiques de la molécule. La quercétine, extraite du bois de *Taxus cuspidata*, montre une activité antifongique très différente selon les champignons. La concentration d'inhibition peut être multipliée par 10 selon la pourriture utilisée (Muranaka, 1999). Le bois de *Robinia pseudoacacia* possède une exceptionnelle résistance à la biodégradation attribuable à la concentration importante de robinétine (2 %) et de dihydrorobinétine (5,3 %) (Rudman, 1959 ; Rudman, 1963). L'activité antibactérienne de la catéchine et de l'épicatéchine d'écorce d'*Acacia mearnsii* semble démontrée (Putman et al., 1989 ; Mitsunaga et al., 1997). Mais l'activité antifongique semble encore discutée. Ohara et al. (1994) n'ont pas pu mettre en évidence l'effet fongicide sur *Coriolus versicolor* (pourriture blanche) et *Tyromyces pallustris* (pourriture brune). Cependant les tannins catéchiques des écorces d'*Acacia mearnsii* imprégnés à 4 % sur des éprouvettes d'aubier de pin protègent le bois contre *Coniophora puteana* (pourriture brune) et *Chaetomium globosum* (pourriture molle) (Baecker et al., 1991).

Ces dernières années, de nombreuses équipes se sont intéressées aux tannins condensés qui ont la propriété de former facilement des chélates avec les ions du fer ou du cuivre (Pizzi et al., 1986a ; Pizzi et al., 1986b). Utilisés seuls, les tannins sont fortement lessivables mais ce lessivage diminue fortement pour la formation de chélates. Ainsi, de nombreuses formulations de préservation du bois sont basées sur l'association tannin/cuivre (Laks et al., 1988), tannin/zinc ou tannin/bore (Scalbert et al., 1998 ; Thévenon, 1999). Les

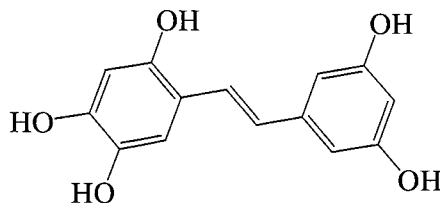
bois traités par la formulation tannin/cuivre montrent une bonne protection vis à vis des champignons de pourritures brune et blanche. Cette association est particulièrement intéressante pour une utilisation industrielle (coût de production non supérieur aux coûts de traitements actuels) bien que ce procédé ne protège pas contre les termites (Toussaint, 1997).

2.3.2.2. Les stilbènes

La présence de (2,4,3',5')-tétra et (3,4,5,3',5')-penta-hydroxystilbènes a été mise en évidence (Wang et John, 1981) dans l'osage orange. Ils ont été identifiés comme étant responsables de sa résistance aux champignons de pourritures. Ce travail a été confirmé par les travaux de Schultz (1995) effectués sur la même essence, qui ont montré l'importance du tétra-hydroxystilbène encore appelé oxyresveratrol dans les phénomènes de résistance.



Oxyresvératrol

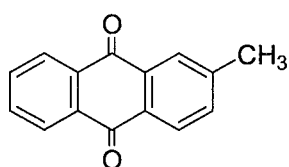


3,4,5,3',5'-Pentahydroxystilbène

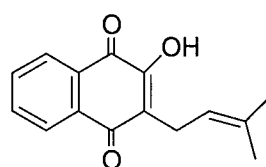
Les stilbènes sont très connus comme étant fongitoxiques et inhibiteurs de la croissance de quelques végétaux (Valio et al., 1969 ; Adaskaveg, 1992). Les stilbènes sont également synthétisés comme réponse secondaire à des blessures mécaniques, des infections fongiques et des invasions d'insectes. Il a été montré que les propriétés toxiques seraient dues à l'inactivation des enzymes fongiques qui contiennent des groupements –SH dans leur site actif (Lyr, 1961). La composition des stilbènes des cônes de pin a été déterminée (Célimène et al., 1999) et trois stilbènes (pinosylvine, pinosylvine monoéthyléther, pinosylvine diméthyléther) ont été extraits chez *Picea glauca*, *Pinus banksiana* et *Pinus resinosa*. Il apparaît que les extraits de ces essences contenant des stilbènes manifestent des activités antifongiques vis à vis des champignons de la pourriture brune et de la pourriture blanche. Mais ces activités varient avec la nature du stilbène, sa concentration et le champignon considéré (Schultz et al., 1997).

2.3.2.3. Les quinones

Les structures anthraquinones sont présentes chez de nombreux végétaux. Le bois de teck (*Tectona grandis*) contient approximativement 0,3 % de 2-méthylanthraquinone (tectoquinone) ainsi que de nombreuses autres quinones comme la naphtoquinone (Leyva et al., 1998 ; Thévenon et al. 2001). La tectoquinone est un répulsif pour les termites et confère au bois de teck sa durabilité naturelle.



Tectoquinone

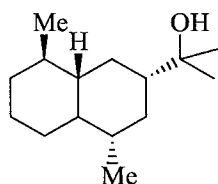


Naphtoquinone

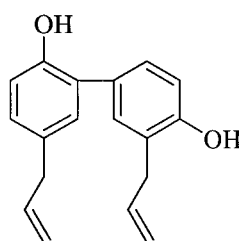
Certaines naphtoquinones montrent des propriétés fongitoxiques intéressantes. L'isodiospyrine et la plumbagine sont des naphtoquinones présentes dans les bois du genre *Diospyros*. L'isodiospyrine inhibe la croissance de trois champignons sur les neuf testés alors que huit champignons sur neuf sont inhibés par la plumbagine (Ito et al., 1995).

2.3.2.4. Les lignanes

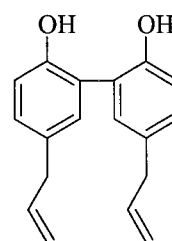
Mori et al. (1997) ont identifié différents composés dans l'écorce de *Magnolia obovata* possédant des activités fongicides. Parmi ceux ci, ils ont identifié l'eudesmol possédant une activité plus ou moins importante en fonction des basidiomycètes utilisés.



Eudesmol



Honokiol

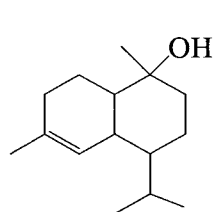


Magnolol

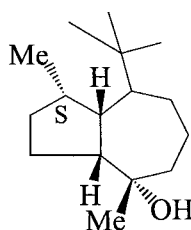
Selon les travaux de Rudman (1959, 1963), le champignon *Lentinus lepideus* est inhibé par 1 % de pinorésinol ou de matairésinol, mais n'est pas affecté par d'autres lignanes comme l'isoolivil ou la conidentrine. *Tsuga heterophylla* est riche en hydroxymatairésinol, lignane plus toxique pour *Heterobasidion annosus* que le matairésinol (Shain et Hillis, 1971). La production de ces biomolécules est la réponse à des conditions pathologiques.

2.3.2.5. Les terpènes

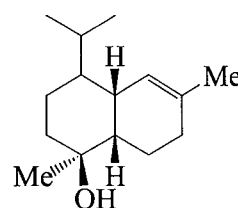
En 1986, des chercheurs japonais ont montré que les produits responsables de la résistance du bois d'hinoki contre les pourritures brune et blanche étaient localisés dans une fraction contenant essentiellement deux sesquiterpéninols tels que le cadinol et le t-muurolol. Le ledol, autre alcool terpénique, a également été identifié comme étant responsable de la durabilité contre les pourritures (Tkhu et al., 1987).



γ -Cadinol

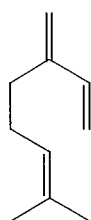


Ledol

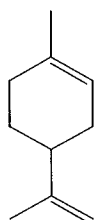


t-Muurolol

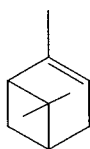
Des mélanges de monoterpènes tels que le limonène, le myrcène, le 3-carène, l' α et β -pinène obtenus à partir de l'oléorésine de *Pinus ponderosa* inhibent la croissance des pourritures, et des bactéries gram-(+) tandis que les diterpènes seraient plus sélectifs des bactéries gram-(+) comme le longifolène.



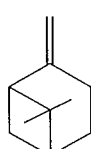
Myrcène



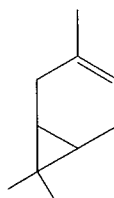
Limonène



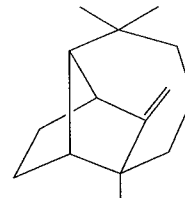
α -Pinène



β -Pinène



Δ^3 -Carène

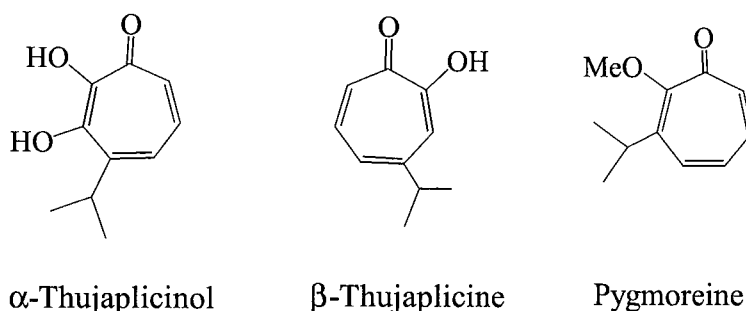


Longifolène

La durabilité apparente des cônes de pin a initié des recherches sur la structure chimique des extractibles pouvant constituer une source de molécules fongistatiques (Micales et al., 1994). Les acides résiniques diterpéniques constituant un groupe important d'extractibles mis en évidence chez les conifères ont été identifiés dans les cônes (Hafizoglu et al., 1987). Chu (1996) a imprégné des éprouvettes de bois par un extrait étheré de cônes de pin (*Pinus sylvestris*) contenant ces substances. Les résultats mettent en évidence l'activité antifongique de cet extrait. Le bois traité avec un extrait étheré à 4 % est protégé contre *Coniophora puteana*, *Chaetomium globosum* et *Gloeophyllum trabeum*. Cependant, il est nécessaire de préciser la nature chimique de ces acides résiniques. En 1994, Eberhardt et al. ont aussi utilisé un extrait étheré de cônes de *Picea glauca*, *Pinus ponderosa* et *Pinus banksiana* contenant des acides résiniques comme agents de protection du bois. Du bois non durable est ainsi imprégné par des mélanges d'acides résiniques ou des acides résiniques purs (acide abiétique, déhydro-biétique et isopimarique) puis soumis à l'attaque des champignons (*Irpex lacteus* et *Coriolus versicolor*). Les auteurs concluent à une protection du bois plus ou moins importante selon le type d'acides résiniques utilisés et l'action de ceux-ci serait plus physique (répulsion de l'eau) que chimique envers les champignons. Même si la fongitoxité des acides résiniques semble discutée, leurs propriétés hydrophobes sont très intéressantes pour une utilisation comme agents anti-gonflement du bois. Voulgarinis (1993) utilise l'oléorésine de *Pinus halepensis* contenant des acides résiniques pour imprégner des éprouvettes de bois. L'application de l'oléorésine évite les défaillances dues à un gonflement et à un retrait répété de l'eau, et ralentit l'attaque des champignons. Les produits naturels comme l'oléorésine peuvent donc être considérés comme des substituants prometteurs des résines synthétiques (de type acrylique, résines à longues chaînes hydrocarbonées, ...).

Les monoterpènes comme l' α et le β -pinène sont présentés comme toxiques pour *Heterobasidion annosus* (Von Schuck, 1977 ; Flodin et Fries, 1978) mais d'autres études contredisent ces résultats (Keyes, 1969 ; Fries, 1973).

Une autre famille intéressante dérivée des terpènes est constituée des tropolones. Les travaux d'Anderson (1933) ont permis la découverte de deux nouvelles tropolones, l' α -thujaplicinol et la pygmaïne dans *Cupressus pygmaea* responsables de sa durabilité. Il a été également montré que la β -thujaplicine est l'agent responsable de la durabilité naturelle de certaines essences telles que *Thuja plicata* Don, *Thujopsis dolabrata* S. et D. ou encore *Thuja standishi* Carr (Ohira et al., 1996).



Les tropolones ont souvent été isolées à partir de *Cupressaceae* qui possèdent un bois très résistant à la biodégradation. Des études déjà anciennes ont montré la toxicité importante des thujaplicines vis à vis des champignons de la pourriture du bois (Southan et Ehrlich, 1943 ; Anderson et al., 1963). La β -thujaplicine et la nootkatine sont les tropolones les plus connues. En 1948, Rennerfelt montre que la β -thujaplicine possède des propriétés fongicides comparables au PCP. La quantité totale de tropolones présentes dans le bois est habituellement excessivement faible (< 0,1 %) mais quelques espèces de *Thuja* et de *Cupressus* en contiennent 1 à 2 % (Gardner, 1962). En 1997, Mc Daniel et al. imprègnent des éprouvettes de pin (bois non durable) par des extraits de bois réputés durables : Red Cedar (*Thuja plicata*), Southern catalpa. Les extraits issus du bois de Red Cedar montrent de très bonnes propriétés anti-termites. L'auteur conclut que ces extraits naturels peuvent être une alternative aux produits chimiques de préservation. Du bois traité par des extraits de sciure de Red Cedar a montré une excellente résistance face à l'attaque de *Gloeophyllum trabeum* (Moret, 1997). Le traitement est efficace pour de faibles concentrations (0,2 %, p/v).

2.4. Les agents de dégradation du bois

Les attaques biologiques qui altèrent l'état du bois sont essentiellement provoquées par des micro-organismes (bactéries ou champignons) et par des insectes xylophages ou nidifiant dans le bois. La sévérité des attaques dépend des caractéristiques liées à l'espèce de bois, notamment à sa composition chimique, mais aussi à des facteurs externes tels que le climat et les conditions de service du bois qui facilitent ou inhibent les dégradations biologiques.

Les champignons sont les micro-organismes les plus redoutables et causent des dégâts importants. Ils sont classés selon les dégâts qu'ils occasionnent et selon le type de polymère (Dirol, 2001) qu'ils sont capables de dégrader (lignine, hémicelluloses ou cellulose). On distingue :

- les champignons de pourriture brune décomposant essentiellement la cellulose et les hémicelluloses (ce sont des basidiomycètes comme *Poria placenta*)
- les champignons de pourriture blanche décomposant surtout la lignine mais aussi la cellulose et les hémicelluloses (ce sont des basidiomycètes comme *Coriolus versicolor*)
- les champignons de pourriture molle qui dégradent la cellulose et les hémicelluloses (ce sont des basidiomycètes comme *Chaetonium globosum*).

Les insectes qui dégradent le bois peuvent être classés en deux catégories (Pruvost, 2001) :

- les insectes à larves xylophages qui se nourrissent soit de cellulose (capricornes des maisons), soit d'amidon (les lyctus)
- les insectes sociaux, dont les termites, qui assimilent la cellulose grâce aux zooflagellés situés dans leur intestin.

Au Burkina Faso, ces derniers jouent un rôle très important dans la dégradation du bois. Ils appartiennent à l'ordre des isoptères et tout comme les coléoptères xylophages de bois secs, ils dégradent les bois morts dans les forêts. Ce sont des insectes vivant en colonies organisées de plusieurs milliers d'individus. Dans le monde, il existe près de deux mille espèces de termites répartis principalement dans les régions tropicales et équatoriales, mais aussi dans quelques zones tempérées telles que la France. Les termites sont considérés comme un fléau car ils dégradent pour se nourrir des matériaux à base de cellulose comme le bois et bien d'autres matériaux tendres sans valeur nutritionnelle pour eux, mais qui leur permettent de construire leurs galeries.

3. MATERIEL ET METHODES

UNIVERSITÉ DE LORRAINE
FACULTÉ DE SCIENCES
54501 VILLERS-LES-NANCY Cedex

3.1. Matériel biologique

3.1.1. Les bois utilisés

Nous avons mené l'ensemble des expérimentations avec trois espèces de bois : *Burkea africana*, *Prosopis africana* et *Pterocarpus erinaceus*. Les bois sont issus d'arbres abattus dans des forêts de la région de Léo. Les planches ont été prélevées dans le duramen du même arbre, séchées à l'air pendant plusieurs mois puis transportées à Nancy.

Au laboratoire, elles ont ensuite été découpées en petits morceaux selon le type d'essais à mener. Selon les besoins les éprouvettes sont utilisées de façon aléatoire dans le lot disponible pour nos essais. Elles sont ensuite séchées à l'étuve avant d'être utilisées pour les différents tests. Les dimensions nominales des éprouvettes étaient de deux types : 25 x 25 x 15 mm ou 50 x 25 x 15 mm.

3.1.2. Les champignons testés

Les champignons utilisés au cours de nos expériences représentent les agents de pourriture fibreuse (ou blanche) et cubique (ou brune), appartenant tous deux à la famille des basidiomycètes :

- agents de pourriture fibreuse : *Phanerochaete chrysosporium* et *Coriolus versicolor*
- agents de pourriture cubique : *Poria placenta*, *Gloeophyllum trabeum* et *Coniophora puteana*.

Cette gamme de champignons est couramment utilisée dans les laboratoires en France.

3.2. Mesure de la teneur en extrait des bois

3.2.1. Les solvants utilisés

Nous avons utilisé différents solvants pour effectuer nos extractions : l'eau, l'éther éthylique, l'acétone et un mélange toluène/éthanol (2/1, v/v).

L'acétone provenant de la société Lambert a été distillée sur permanganate de potassium avant usage. L'alcool éthylique (95%) de qualité pharmaceutique et le toluène (99%) ont été achetés respectivement chez Carlo Erba et Merck et utilisés sans autre purification.

3.2.2. Extraction au Soxhlet

Le Soxhlet est un appareil permettant l'extraction d'un ou plusieurs constituants solubles dans un solvant approprié à partir d'une matrice solide. L'échantillon est placé dans une cartouche en cellulose recevant le condensat du solvant porté à ébullition qui va progressivement solubiliser les composés extractibles. Le condensat contenant les extraits est régulièrement siphonné lorsque le porte-cartouche est plein. Les substances extraites sont alors recueillies dans le ballon inférieur. Les extractions sont effectuées pendant une durée de huit heures, période au bout de laquelle on n'observe plus de coloration due à la solubilisation des extraits dans l'extracteur. La sciure recueillie est mise à sécher à l'étuve alors que les extraits sont recueillis après évaporation du solvant sous vide à l'évaporateur rotatif et séchage sous vide dans un dessiccateur.

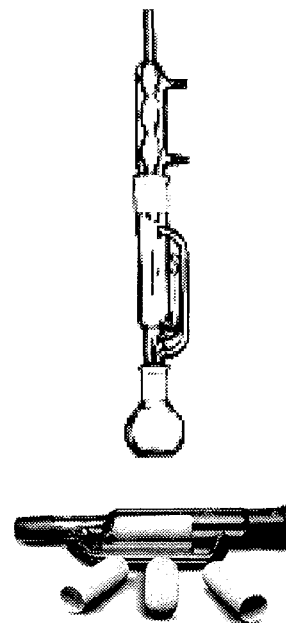


Figure 5. Soxhlet

3.2.3. Extraction au Dionex

L'ASE 200 est un système automatique pour l'extraction des composés organiques à partir d'échantillons solides ou semi-solides. L'ASE 200 accélère les processus traditionnels d'extraction en utilisant des solvants à des températures élevées. La pression est appliquée à la cellule d'extraction pour maintenir le solvant chauffé à l'état liquide durant l'extraction. La figure suivante illustre les différents composants de l'ASE 200.

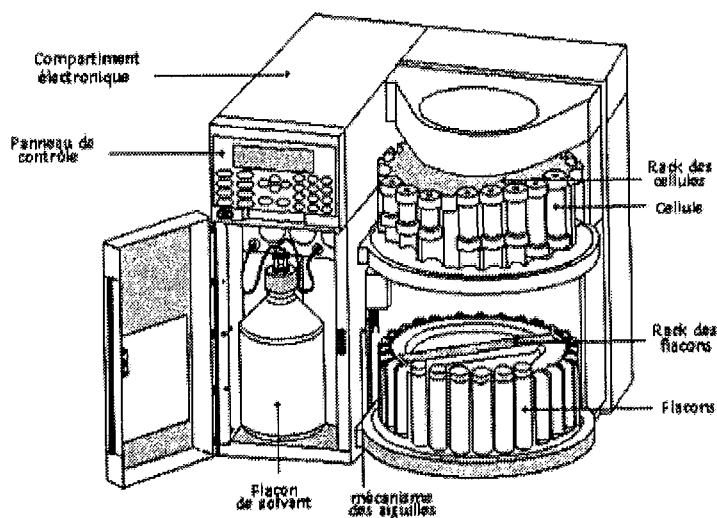


Figure 6. Vue générale de l'ASE 200 Dionex

Les étapes suivantes décrivent le processus automatique qui se déroule après avoir lancé l'opération d'extraction.

- chargement de la cellule dans le four
- remplissage de la cellule avec le solvant
- chauffage de la cellule (équilibration en température et pression)
- extraction (phase statique)
- récupération du solvant avec rinçage de la cellule avec du solvant frais
- retour de la cellule
- retour de la cellule sur le carrousel

Le schéma suivant montre les circuits du solvant et du gaz dans l'extracteur :

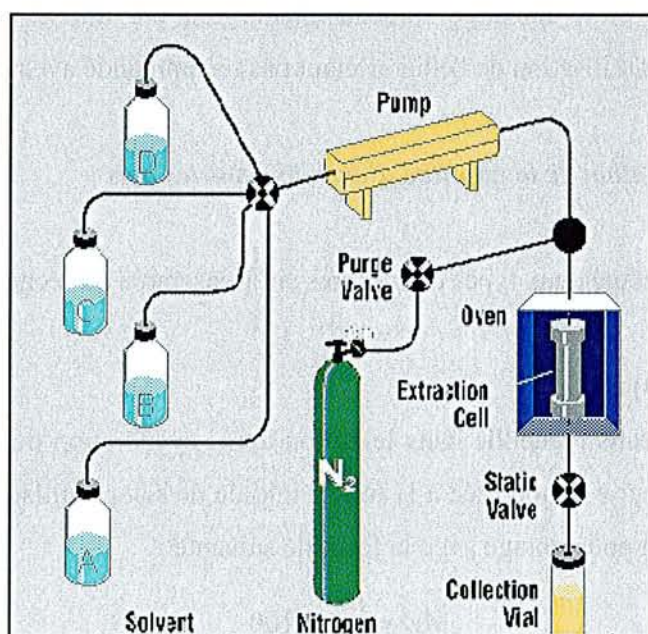


Figure 7. Principe de fonctionnement de l'ASE 200 Dionex

Le contrôle de l'extraction se fait par la "méthode" et la "séquence" programmées dans l'ordinateur de contrôle. Une "méthode" spécifie la durée de chauffage de la cellule, la température du four, la pression dans la cellule et la quantité de solvant pour rincer la cellule. La "séquence" spécifie la méthode utilisée pour chaque échantillon, le flacon de récupération assigné à chaque cellule d'extraction, le solvant de rinçage après chaque extraction.

Nous avons défini pour les extractions de nos espèces de bois (*Prosopis africana* et *Burkea africana*) une « séquence » intégrant deux « méthodes » : une première extraction à 50°C et une deuxième à 100°C. Nous avons prévu à chaque fois trois cellules d'extraction à 50°C et trois autres à 100°C. Les autres paramètres restent fixes quelle que soit la température et sont les suivants :

- durée de chauffage : 5 mn
- durée de la phase statique : 5 mn
- rinçage : 50 % (quantité de solvant pour rincer la cellule après l'extraction exprimée en pourcentage du volume de la cellule)
- durée de la purge à l'azote : 20 secondes
- pression : 100 bars
- nombre de cycles : 3

Seuls l'acétone et le mélange toluène/éthanol ont été utilisés pour effectuer les extractions au Dionex, l'utilisation de l'éther n'étant pas recommandé avec cet appareil.

3.2.4. Détermination de la quantité d'extraits dans les bois

Nous avons effectué deux types de mesures sur l'ensemble des échantillons extraits.

a) Mesure directe (MD)

La masse d'extraits recueillie dans le ballon après évaporation du solvant et séchage sous vide au dessiccateur est rapportée à la masse initiale de sciure utilisée pour l'extraction, le tout étant rapporté en pourcentage avec la formule suivante :

$$MD = \frac{m_e}{m_s} \times 100$$

avec m_e = masse extrait sec ; m_s = masse initiale sciure sèche

b) Mesure indirecte

On effectue une différence de masse entre la masse initiale de sciure sèche et la masse de sciure après extraction et séchage à l'étuve :

$$MI = \frac{m_{ig} - m_{fs}}{m_{ig}} \times 100$$

avec m_{ig} = masse initiale de sciure sèche ; m_{fs} = masse finale de sciure après séchage à l'étuve

3.3. Essais biologiques

3.3.1. Mesure de l'efficacité antifongique des extraits

3.3.1.1. Propriétés fongicides

Des essais d'inhibition de croissance des champignons en boîte de Pétri ont été menés afin d'évaluer l'efficacité antifongique des différents extraits de *Prosopis africana* et *Burkea africana*. Nous avons testé les extraits étherés, acétoniques et ceux obtenus avec le mélange toluène/éthanol.

Les milieux de culture malt-agar sont préparés en mélangeant dans un litre d'eau distillée 15 g de malt et 15 g d'agar. L'ensemble est solubilisé sous agitation sur une plaque magnétique chauffante. Dès que le milieu est bien homogénéisé, on amène le pH de la solution à 4,8 par addition de HCl (1 N), avant stérilisation par chauffage à l'autoclave pendant une durée de 25 mn à 120°C. Il faut prendre précaution de boucher le récipient contenant le milieu de culture avec du coton cardé et d'envelopper le bouchon avec du papier aluminium. Le milieu de culture, refroidi mais pas encore solidifié, est coulé dans les boîtes de Pétri stériles (30 ml) ou dans des bouteilles préalablement stérilisées (150 ml) à proximité d'une flamme sous une hotte à flux laminaire.

Les milieux contenant les extraits ont été préparés pour différentes concentrations : 10 ppm, 100 ppm et 1000 ppm. Dans tous les cas, nous avons travaillé pour des concentrations en ppm (partie par million) équivalentes à des g/l (grammes/litre) du fait de la composition indéterminée des extraits. Les extraits ont en général été solubilisés dans 5 ml d'acétone avant d'être ajoutés à la concentration voulue au milieu de culture stérile encore liquide à proximité d'une flamme sous une hotte à flux laminaire.

Les champignons utilisés pour les tests sont : *Coriolus versicolor*, *Gloeophyllum trabeum*, *Poria placenta* et *Coniophora puteana*. Pour chaque champignon et chaque concentration de produit, nous avons préparé une boîte de Pétri sans extrait et trois boîtes de Pétri avec extrait. Les boîtes sont alors mises en chambre climatique réglée à la température de 25°C et à une humidité relative de 85 %. Tous les jours la croissance des champignons est mesurée dans les boîtes, jusqu'à ce que la boîte témoin soit totalement envahie. L'essai est alors arrêté et on évalue le taux d'inhibition de l'extrait en pourcentage pour chaque concentration :

$$T (\%) = 100 \times \left[1 - \frac{\text{Surface envahie par le champignon pour une concentration donnée}}{\text{Surface envahie par le champignon dans la boîte témoin}} \right]$$

L'ensemble des résultats est ensuite représenté sous forme d'histogramme.

3.3.1.2. Durabilité des éprouvettes de bois extraits ou non extraits

Afin d'évaluer l'influence des extractibles sur la durabilité naturelle des bois étudiés et compte tenu du temps qui nous était imparti, des essais de courte durée, sur une période de deux mois et demi, ont d'abord été mis en place avec l'ensemble des bois et une gamme très variée de champignons. Par la suite, un essai de longue durée (4 mois) a été mis en place avec l'ensemble des bois, mais en utilisant un seul champignon (*Coriolus versicolor*), pour vérifier l'influence du temps.

a) Tests de courte durée

Les éprouvettes (25 x 25 x 15 mm respectivement selon les directions longitudinale, tangentielle et radiale) ont été préparées au LERMAB et séchées à l'étuve avant de subir les différentes extractions. Trois types d'extraction ont été effectuées au Soxhlet selon la procédure décrite précédemment en utilisant le mélange toluène/éthanol, l'éther et l'eau comme solvants. Les champignons utilisés pour les essais sont : *Coriolus versicolor*, *Poria placenta*, *Gloeophyllum trabeum* et *Coniophora puteana* pour les trois espèces de bois (*Prosopis africana*, *Pterocarpus erinaceus* et *Burkea africana*) et uniquement *Phanerochaete chrysosporium* pour *Pterocarpus erinaceus* et *Burkea africana*.

Après repiquage des différents champignons dans les boîtes de Pétri, en plaçant à l'aide d'une spatule stérile et à proximité d'une flamme au centre de chaque boîte un morceau de mycélium, les boîtes sont incubées dans une enceinte climatique à une température de 25°C et une humidité relative de 85 % jusqu'à colonisation totale de la surface du milieu de culture (environ une semaine). Les éprouvettes de bois sont alors stérilisées par exposition aux UV pendant une demi-heure, puis placées dans des conditions stériles (hotte à flux laminaire et à proximité d'une flamme) dans les boîtes de Pétri à raison de quatre éprouvettes par boîte (trois éprouvettes ayant subi une extraction et une éprouvette témoin non extraite). Trois répétitions sont prévues pour chaque type d'essais.

Après que les bois soient placés dans les boîtes de Pétri, l'ensemble est replacé dans l'enceinte climatique pour une période de deux mois et demi. A l'issue du temps d'exposition, l'essai est évalué par la perte de masse mesurée selon la formule suivante :

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

m_1 = masse sèche de l'éprouvette avant exposition au champignon

m_2 = masse de l'éprouvette exposée au champignon et après séchage à l'étuve

b) Tests de longue durée

Les éprouvettes utilisées ont été découpées à partir de planches prises dans le duramen des différentes espèces de bois aux dimensions suivantes : 50 x 25 x 15 mm respectivement selon les directions longitudinale, tangentielle et radiale. Les éprouvettes sont ensuite sélectionnées de façon aléatoire. Les procédures de préparation des milieux de culture, du repiquage des champignons et d'exposition des bois, sont identiques à celles décrites pour les tests de courte durée excepté pour le temps d'exposition qui est de seize semaines. Dans chaque boîte de Pétri sont placées 2 éprouvettes extraites et une éprouvette du bois non extrait.

3.3.2. Mesure de l'efficacité anti-termite des extraits

Une méthode directement dérivée de la norme EN 117 a été utilisée. Elle permet de déterminer la résistance d'un bois traité ou non contre les termites. Des termites couramment utilisés dans les essais de laboratoire ont été employés. Il s'agit de *Reticulitermes santonensis* (de Feytaud) de la famille des *Rhinotermitidae*, espèce de zone tempérée.

Les trois espèces de bois ayant ou non subi des extractions préalables (*Prosopis africana*, *Pterocarpus erinaceus*, *Burkea africana*) ont été soumises à l'attaque des termites. Les éprouvettes ont été extraites avec quatre solvants différents : l'acétone, l'hexane, l'éther et le mélange toluène/éthanol. Il a été prévu trois éprouvettes par type d'extraction et le pin (*Pinus sylvestris*) a été pris comme espèce de bois de référence.

Le support des essais est constitué de sable de Fontainebleau, fin quartzeux blanc, formé de grains de silice cristallisée très pure, exempt de toute substance organique.

Chaque récipient d'essai est constitué d'une couche de 4 à 6 cm d'épaisseur de sable réhumidifié et décompacté. Pour cela, l'eau distillée est d'abord introduite puis le sable dans la proportion de 1 volume d'eau distillée et 4 volumes de sable. Ensuite du bois de récolte (environ 0,5 g) est placé au fond et au centre de chaque récipient avant d'y introduire trois éprouvettes de même nature (extraites ou non).

Un groupe de termites de 250 ouvriers, 3 soldats et 3 nymphes est alors placé dans chaque récipient et les récipients placés dans l'enceinte d'essai. Après huit semaines, les résultats sont évalués selon une cotation de la façon suivante :

- 0 : aucune attaque
- 1 : tentative d'attaque
- 2 : attaque légère
- 3 : attaque moyenne
- 4 : attaque forte.

Le nombre de termites survivants est également déterminé.

3.4. Analyses physico-chimiques

3.4.1. Analyses chromatographiques

a) Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

Les extraits des différents bois ont été analysés par chromatographie gazeuse couplée avec un spectromètre de masse (CG-MS), réalisée sur un appareil Fisons CG-800-MD800 équipé d'une colonne DB-5MS de 15 mètres de longueur et 0,251 mm de diamètre.

b) Chromatographie liquide haute pression

Les extraits aqueux de *Burkea africana* ont été analysés par chromatographie liquide haute pression en utilisant un appareil Waters Millipore (2 pompes modèle 510, détecteur UV

Lambda Max modèle 481) équipé d'une colonne en phase inverse de marque Supelco RP-18 (longueur : 250 mm, diamètre : 4,6 mm, 5 μ m). L'élution est effectuée en mode gradient en partant de 100 % d'eau pour passer à 100 % de méthanol sur une durée de 1 h 26 suivie d'un retour à 100 % d'eau sur une période de 6 min. La boucle d'injection est de 20 μ l, le débit de 1 ml et le mode de détection utilisé est un détecteur UV réglé à 254 nm.

c) Chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse

Les analyses en chromatographie liquide couplées à la spectrométrie de masse (CLHP-SM) ont été réalisées au service commun de spectrométrie de masse de la Faculté des Sciences de Nancy. Les appareils utilisés sont une CLHP de marque Jasco équipée d'une colonne de type RP-18 couplée à un appareil VG Plat Form Fisons Instrument pour la partie masse. L'ionisation est effectuée par electrospray et l'analyse à l'aide d'un quadripole. L'élution est effectuée en mode gradient en partant de 100 % d'eau pour passer à 100 % de méthanol sur une durée de 1 h 26 suivie d'un retour à 100 % d'eau sur une période de 6 min. La boucle d'injection est de 50 μ l, le débit de 0,5 ml et le mode de détection utilisé est un détecteur UV réglé à 254 nm.

3.4.2. Analyses spectrales

a) Analyses infrarouge

Les spectres d'absorption infrarouge (IR) ont été enregistrés sous forme de pastilles de KBr pour les produits solides et sous forme de film entre deux plaques de NaCl pour les échantillons liquides sur un spectromètre FTIR Perkin Elmer.

b) Analyses RMN

Les spectres RMN ^1H et ^{13}C en phase liquide ont été enregistrés sur un spectromètre Bruker AM 400 à des fréquences de résonance de 400 et 100,58 MHz respectivement. Les déplacements chimiques sont exprimés en parties par million (ppm). Les échantillons ont été dilués dans le diméthylsulfoxyde D6 (DMSO D6).

3.4.3. Fractionnement du bois

a) Mesure du taux de lignine des bois

L'obtention de la lignine selon la méthode Klason a été effectuée de la manière suivante. Le bois (0,5 g) est introduit dans 10 ml d'acide sulfurique concentré à 72 %, à température ambiante pendant deux heures sous agitation, puis pendant deux heures supplémentaires au repos. Le mélange est ensuite dilué jusqu'à une concentration de 3 moles/litre d'acide sulfurique. Puis la solution est portée à reflux pendant quatre heures. Après filtration, le résidu est repris dans une solution aqueuse d'acide chlorhydrique concentrée à 0,5 %, porté à reflux pendant seize heures. La lignine obtenue, de couleur noire, est filtrée, rincée à l'eau chaude (70°C) puis séchée à l'étuve à 70°C jusqu'à masse constante.

b) Détermination du taux de cendres

1 g de sciure est pesé avec précision et minéralisé dans un four dont la température est réglée à 500°C pendant 4 heures. Le taux de cendres, représentatif des matières minérales présentes dans le bois, est déterminé par pesée et exprimé en pourcentage par rapport à la masse initiale de sciure.

3.4.4. Mesure de l'efficacité anti-gonflement

Afin de déterminer le gonflement des éprouvettes traitées, ces dernières sont placées dans un cristallisateur rempli d'eau distillée et maintenues sous l'eau à l'aide d'un bûchner renversé. Le cristallisateur est alors introduit à l'intérieur d'une cloche à vide et un vide de 20 mm de mercure est appliqué pendant 30 minutes. Au rétablissement de la pression atmosphérique, l'eau pénètre à l'intérieur du bois. Pour certains traitements les éprouvettes ont tendance, surtout après la première opération "vide-pression", à remonter à la surface. Le bûchner n'est enlevé qu'au moment où toutes les éprouvettes coulent au fond du cristallisateur. Après une journée, l'eau est changée et l'opération "vide atmosphérique" renouvelée. Au total, quatre cycles sont appliqués en quatre jours. Les dimensions des éprouvettes sont relevées. On peut alors calculer le volume sec et le volume humide de l'échantillon (V_s et V_h) qui permettent de calculer le coefficient de gonflement (S) du bois.

$$S (\%) = ((V_h - V_s) / V_s) \times 100$$

On peut alors calculer l'efficacité anti-gonflement du traitement (Anti Swelling Efficiency, ASE)

$$ASE (\%) = ((S_0 - S_1)/S_0) \times 100$$

où S_0 est le coefficient de gonflement du bois non traité et S_1 celui du bois traité. Chaque valeur d'ASE est calculée à partir de la moyenne de cinq éprouvettes.

3.4.5. Mesure de la mouillabilité

La technique utilisée pour mesurer l'angle de contact est la méthode de Wilhelmy. Cette méthode permet de mesurer l'angle de contact à l'avancée et au recul grâce à un cycle d'immersion, elle est basée sur la mesure de la variation de masse d'une plaque verticale mise en contact avec la surface d'un liquide (l'eau).

Pour effectuer la mesure d'angle de contact on utilise le matériel suivant :

- eau distillée : la solution mouillante,
- pied à coulisse : pour mesurer les dimensions des plaques,
- tensiomètre processeur K12 relié à un ordinateur (figure 5),
- une plaque de platine (mesure de tension superficielle).

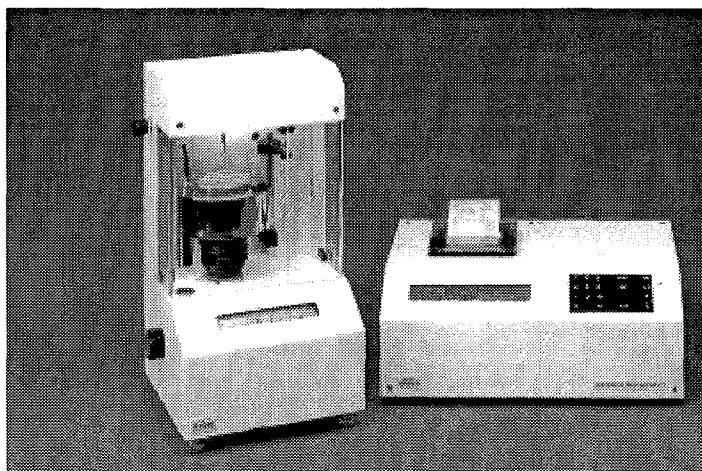


Figure 8. Tensiomètre processeur K12

On commence par une mesure de la tension superficielle de l'eau grâce à une plaque de platine chauffée au préalable pour éliminer toutes les impuretés. Les échantillons sous forme de plaquettes sont obtenus par sciage d'une baguette. Avant de suspendre la plaquette, on mesure la longueur dans la direction radiale, la largeur dans la direction tangentielle et l'épaisseur dans la direction longitudinale. L'échantillon est ensuite suspendu à la balance de précision du tensiomètre. Le liquide, contenu dans un bécher, est déplacé verticalement vers la plaque (figure 9).

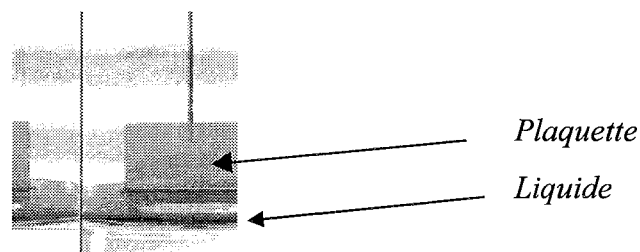


Figure 9. Echantillon suspendu à la balance

Au contact de l'échantillon avec l'eau, le cycle d'immersion entièrement contrôlé par l'ordinateur commence, avec une avancée sur une longueur de 5 mm et une vitesse constante de 6 mm/mn, après l'avancée le recul s'effectue directement (sans arrêt) à la même vitesse. Durant la totalité du cycle le logiciel enregistre l'évolution de la masse apparente du solide en fonction de la profondeur d'immersion. On obtient alors la courbe suivante où F est la force que subit la plaque, calculée à partir de la variation de la masse de l'échantillon (figure 10).

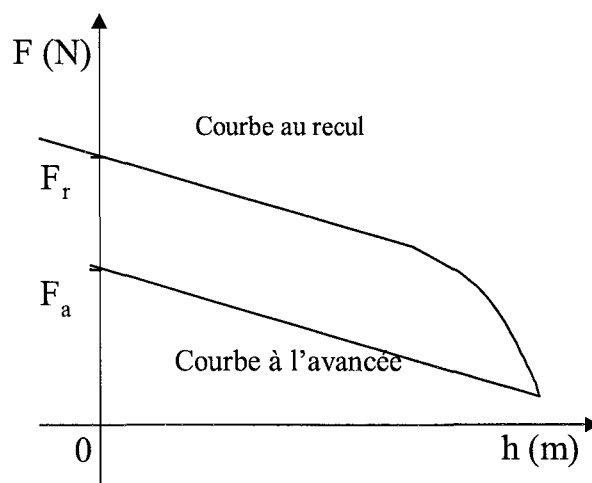


Figure 10. Evolution de la force résultante en fonction de la profondeur d'immersion

A partir de cette courbe et de l'équation suivante, on obtient l'angle de contact à l'avancé et au recul :

$$\cos \theta = (F + \rho S h g) / (P \gamma)$$

où ρ et γ sont la masse volumique et la tension superficielle du liquide ; S et P, la section et le périmètre de la plaque ; h la profondeur d'immersion ; g la force de gravité et θ l'angle de contact.

L'exploitation des cycles est entièrement automatique. L'opérateur influe donc très peu sur la mesure, à la différence de la technique goniométrique. Il est cependant important de toujours vérifier visuellement l'état de mouillage (mouillage ou non de la plaquette) pour éliminer les erreurs de mesures.

Pour chaque type d'extraction les mesures ont été faites sur 3 plaquettes.

La mesure de la mouillabilité du bois reste une mesure délicate à mettre en oeuvre. L'aspect hétérogène et le caractère poreux de ce matériau impliquent une dispersion importante de l'angle de contact. Le mouillage sur du bois est souvent accompagné par une absorption du liquide test ce qui augmente la difficulté de la mesure (Liptakova et Kudela 1994). On se retrouve également souvent face au problème de la contamination du liquide test par les extractibles durant la mesure (Walinder et Johansson 2001). Ce dernier problème, qui concerne toutes les techniques de mesure, n'est pas résolu à ce jour.

La mouillabilité est, d'une manière générale, l'aptitude d'un liquide à mouiller ou non un solide. Au début du dix-neuvième siècle, Young (1805), qui introduisit le premier la notion de tension interfaciale, publie un ensemble d'observations relatives à la forme d'une goutte posée sur un solide horizontal. Il en déduit l'existence d'un équilibre entre les tensions interfaciales séparant les trois corps (liquide-solide-gaz) (figure 11).

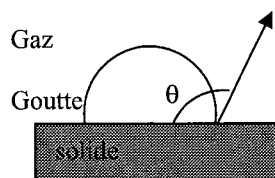


Figure 11. Angle de contact d'une goutte posée sur un solide

Il fait ensuite le lien entre l'angle de contact θ (angle intérieur, compris entre le plan du solide et la tangente au point triple solide-liquide-gaz) et l'équilibre des tensions présenté dans l'équation ci-dessous :

$$\gamma_{sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cos\theta$$

où γ_{sv} est la tension interfaciale solide-vapeur, γ_{sl} est la tension interfaciale solide-liquide et γ_{lv} est la tension interfaciale liquide-vapeur. Bien que cette relation soit toujours d'actualité, son utilisation est en pratique très restreinte, puisqu'il est quasiment impossible de déterminer les tensions en surface du solide (γ_{sv} et γ_{sl}). Reste cependant la notion d'angle de contact statique (θ) qui permet de qualifier la mouillabilité d'un solide vis à vis d'un liquide.

Suivant la valeur de l'angle de contact il est possible de définir trois états de mouillage :

$\theta = 0^\circ$, le mouillage est dit total, la goutte s'étale complètement en surface du solide.

$\theta = 180^\circ$, le mouillage est dit nul, la goutte n'est pas en contact direct avec la surface du solide, un film de phase gazeuse les sépare.

$0 < \theta < 180^\circ$, le mouillage est dit partiel.

En pratique lorsqu'on veut déterminer la mouillabilité d'un solide on se trouve face à une faible reproductibilité de θ , la variation pouvant être égale à 30° pour un angle de contact statique de 90° . Cette dispersion dans les mesures est due en grande partie à l'hétérogénéité de surface du solide (rugosité et hétérogénéité chimique) ainsi qu'au mode de formation de la goutte en surface du solide. En fait l'ensemble des angles de contact statiques mesurés correspondent chacun à un état d'équilibre métastable résultant de "l'historique de la goutte" (lieu et mode de dépôt). Dans ces conditions il devient très difficile de déterminer une tendance d'évolution du mouillage sur un solide de qualité industrielle (rugosité, salissure) et seule l'utilisation d'un solide idéal (absence d'hétérogénéité) permet de travailler avec un angle de contact statique.

Sur un solide réel, la dispersion maximale des mesures d'angles est appelée hystérésis de l'angle de contact. Cet écart sur l'angle est en fait borné par deux limites précises et parfaitement reproductibles. Les valeurs de ces deux bornes correspondent à deux angles de contact "dynamiques". Les expériences dans ce domaine ont montré qu'en formant la goutte par avancée du front de liquide en surface du solide, on obtenait toujours la même valeur de

l'angle de contact appelé angle de contact à l'avancée θ_a (advancing contact angle). De la même façon, si l'on forme la goutte par recul du front de liquide, on obtient toujours le même angle appelé angle de contact au recul θ_r (receding contact angle). Ces deux angles sont des angles de contact dynamiques, et l'écart qui les sépare correspond à l'hystérésis. Cet écart, directement lié à l'état de surface du solide (rugosité, homogénéité chimique, voir Dettre et Johnson 1964), est parfaitement reproductible sur n'importe quel solide réel (y compris sur le bois). Dans le cas d'un solide idéal, parfaitement homogène en surface, l'hystérésis est égale à zéro et les angles de contact statiques et dynamiques sont égaux. D'une façon générale l'ensemble des angles de contact statiques est compris entre θ_a et θ_r suivant la relation :

$$\theta_r < \theta < \theta_a$$

Comme on peut le constater, dans le cas d'un solide réel comme le bois, il est nécessaire de mesurer des angles de contact dynamiques si on veut éviter une trop forte dispersion des mesures.

Il existe différentes techniques de mesure qui ont pour effet de faire avancer ou reculer le front de liquide en surface du solide. A titre d'exemple, il est possible d'observer une goutte sessile posée sur un solide incliné. Quand la goutte se met à glisser, l'angle de la partie inférieure est θ_a , celui de la partie supérieure θ_r (Pétriassans, 1996). Il est également possible de soumettre la goutte à un écoulement de cisaillement (Extrand, 1995) pour faire glisser la goutte sur le solide. On peut aussi observer une goutte posée sur un plateau tournant dont la force centrifuge fait glisser la goutte vers l'extérieur du solide (Pétriassans, 1996). Ces techniques sont basées sur le déplacement complet de la goutte. Enfin par modification du volume total de la goutte (à l'aide d'une micro-serringue) on peut, par des cycles (augmentation et diminution du volume), déterminer les deux angles dynamiques (Csapo et al., 1999). Bien sur ces techniques dites "classiques" ne s'appliquent qu'aux solides à structure continue (non poreux). Dans le cas du bois l'ensemble de ces méthodes ne peut pas s'appliquer. Il est donc nécessaire de développer des dispositifs spécifiques employés sur les milieux poreux ou sur les fibres et basés sur la théorie de la capillarité.

Méthode de l'absorption de goutte

Cette technique est basée sur le temps d'absorption d'une goutte déposée en surface d'un solide poreux. On utilise dans ce cas l'équation de Washburn (Adamson, 1982 ; Ku et al., 1985), donnant le cosinus de l'angle de contact (ici l'angle de contact dynamique à l'avancée) en fonction du temps d'absorption de la goutte. Il semblerait, qu'en surface d'essence comme le chêne ou le hêtre, ce temps d'absorption soit trop rapide rendant la mesure très difficile. De plus cette technique simple à mettre en œuvre ne s'applique qu'aux liquides dont $\theta_a < 90^\circ$.

Méthode de la montée capillaire

Il s'agit d'immerger en partie un échantillon de bois, dans le liquide mouillant, et de mesurer la hauteur et le temps de montée du front de liquide. Cette technique simple en apparence pose un sérieux problème, celui de la mesure de la constante capillaire de l'échantillon (Walinder et Gardner, 1999). Usuellement la mesure de cette constante (proportionnelle au nombre et au diamètre moyen des pores) se fait à l'aide d'un liquide totalement mouillant comme l'hexane. Mais le comportement de l'hexane et de la plupart des liquides (comme l'eau) avec le bois est de nature totalement différente. En effet certains liquides font gonfler le bois et modifient sa porosité, alors que l'hexane, lui, n'a pas d'effet de gonflement. A ce jour les expérimentateurs prospectent parmi les liquides tests pour trouver un liquide totalement mouillant ayant les mêmes propriétés de gonflement que le liquide de mesure (l'eau dans notre cas).

Méthode de Wilhelmy appliquée au bois

Cette méthode est basée sur la mesure de la masse d'une plaquette de bois successivement plongée et ressortie du liquide mouillant. Il est possible, par ces cycles de trempage, de déterminer à la fois l'angle de contact dynamique à l'avancée et au recul. Une étude de 2001 menée par Walinder et al. montre que cette technique est tout à fait réalisable sur du bois. Cette technique, quelque peu complexe, nécessite l'utilisation d'une balance de Wilhelmy (tensiomètre). Sur ce type d'appareillage il est possible de mesurer les angles de contact à l'avancée et au recul. C'est cette technique que nous avons retenue pour notre étude.

4. RESULTATS ET DISCUSSION

4.1. Détermination de la teneur en extraits

4.1.1. Extraction au Soxhlet

Les tableaux 4, 5 et 6 présentent les taux d'extraits des bois de *Burkea africana* et *Prosopis africana* ayant subi des extractions au Soxhlet en utilisant respectivement comme solvants le mélange toluène/éthanol, l'acétone et l'éther. Les mesures directes (MD) et indirectes (MI) sont consignées dans chaque tableau en vue de faciliter une comparaison.

Tableau 4. Taux d'extraits du bois de *Prosopis africana* et *Burkea africana* obtenus à l'aide d'un mélange toluène/éthanol

	<i>Prosopis africana</i>		<i>Burkea africana</i>	
	MD	MI	MD	MI
	17,6	17,3	15,0	15,4
	17,5	18,0	16,6	17,8
	16,4	17,5	18,0	17,3
	16,0	17,0	17,0	19,0
	17,0	17,4	21,0	21,0
Moyenne	16,88	17,46	17,52	18,1
Ecart type	0,66	0,36	2,22	2,07

Tableau 5. Taux d'extraits du bois de *Prosopis africana* et *Burkea africana* obtenus après extraction à l'acétone

	<i>Prosopis africana</i>		<i>Burkea africana</i>	
	MD	MI	MD	MI
	14,0	14,4	14,0	14,6
	13,0	13,3	15,1	15,0
	13,3	15,0	14,7	15,3
	14,1	15,1	14,5	14,3
	13,8	14,2	15,0	15,2
Moyenne	13,64	14,4	14,66	14,88
Ecart type	0,47	0,72	0,43	0,42

Tableau 6. Taux d'extraits du bois de *Prosopis africana* et *Burkea africana* obtenus après extraction à l'éther

	<i>Prosopis africana</i>		<i>Burkea africana</i>	
	MD	MI	MD	MI
	3,3	3,5	3,3	3,2
	4,0	3,9	2,6	2,8
	2,83	3,1	2,7	2,8
	3,1	3,5	3,4	3,5
	4,4	5,1	3,0	3,1
Moyenne	3,52	3,82	3,00	3,08
Ecart type	0,65	0,76	0,35	0,29

Dans tous les cas, on observe une assez bonne corrélation entre le taux d'extractibles déterminé par la mesure directe et celui déterminé par la mesure indirecte. Les valeurs obtenues par la méthode indirecte sont généralement supérieures aux valeurs obtenues par la méthode directe probablement du fait qu'une partie des substances extractibles peut être perdue lors de l'évaporation du solvant.

La teneur en extraits dépend de la polarité du solvant utilisé : l'éther conduit à de faibles pourcentages de l'ordre de 3 %, alors que l'acétone, tout comme le mélange toluène/éthanol, conduisent à des taux très importants (14 à 15 % pour l'acétone et 16 à 18 % pour le mélange de solvants). Ces valeurs sont en accord avec les données de la littérature où il est courant de trouver des bois à forte teneur en extraits dans les régions tropicales.

4.1.2. Extraction au Dionex

Les taux d'extraits des bois de *Burkea africana* sont rapportés dans les tableaux 7 et 8 et ceux des bois de *Prosopis africana* dans les tableaux 9 et 10.

Tableau 7. Taux d'extraits du bois de *Burkea africana* obtenus à l'aide d'un mélange toluène/éthanol au Dionex

	50°C		100°C	
	MD	MI	MD	MI
	4,8	5,0	8,6	8,7
	4,0	4,8	7,0	8,0
	4,7	5,0	9,6	9,5
Moyenne	4,50	4,93	8,40	8,73
Ecart type	0,43	0,11	1,31	0,75

Tableau 8. Taux d'extraits du bois de *Burkea africana* obtenus à l'acétone à l'aide du Dionex

	50°C		100°C	
	MD	MI	MD	MI
	19,6	19,6	20,5	19,8
	18,6	18,0	20,0	19,3
	-	19,6	-	-
Moyenne	19,10	19,06	19,1	19,1
Ecart type	0,70	0,92	0,35	0,35

Tableau 9. Taux d'extraits du bois de *Prosopis africana* obtenus à l'aide d'un mélange toluène/éthanol au Dionex

	50°C		100°C	
	MD	MI	MD	MI
	8,0	8,5	11,0	11,1
	8,5	8,3	10,6	11,0
	8,3	8,0	10,3	10,5
Moyenne	8,26	8,26	10,63	10,86
Ecart type	0,25	0,25	0,35	0,32

Tableau 10. Taux d'extraits du bois de *Prosopis africana*
obtenus à l'acétone à l'aide du Dionex

	50°C		100°C	
	MD	MI	MD	MI
	11,0	11,0	14,6	14,0
	10,6	10,8	15,3	15,1
	11,5	11,4	15,1	15,0
Moyenne	11,03	11,06	15,00	14,70
Ecart type	0,45	0,30	0,36	0,60

Comme pour les extractions au soxhlet, on note une assez bonne corrélation entre la méthode directe et la méthode indirecte. Par contre, on observe une inversion concernant les quantités relatives de matières extraites, les extraits acétoniques devenant plus importants par rapport aux extraits obtenus avec le mélange toluène/éthanol. Le taux d'extraits obtenus à l'acétone est assez proche quelle que soit la méthode utilisée (Soxhlet ou Dionex), alors que la nature de la méthode influence de façon plus importante la teneur en extraits obtenus avec le mélange toluène/éthanol. Ce résultat s'explique très probablement par une solvolysse (hydrolyse et éthanolyse) moins importante lorsque l'on utilise le Dionex due à un temps d'extraction plus court comparativement au Soxhlet où les temps d'extraction sont beaucoup plus longs. D'une façon générale, on peut noter un effet de la température sur le taux d'extraits lorsque l'on passe de 50°C à 100°C permettant d'extraire une quantité plus importante de matière.

4.2. Essais Biologiques

4.2.1. Propriétés antifongiques

4.2.1.1. Inhibition de la croissance des champignons

Pour différentes raisons liées au temps dont nous disposons ainsi qu'aux résultats rapportés dans la littérature sur *Pterocarpus erinaceus* plus connu sous le nom de padouk

(Déon et al, 1980), nous avons surtout axé nos efforts sur l'étude des propriétés antifongiques des extraits de *Burkea africana* et *Prosopis africana* qui n'avaient pas été étudiés à notre connaissance.

Les résultats des différentes incubations sur boîtes de pétri sont présentés sous forme d'histogrammes pour simplifier la présentation et faciliter les interprétations. Nous avons utilisé pour ces incubations les différents extraits obtenus précédemment aux concentrations de 10, 100 et 1000 ppm.

Les expériences ont été menées sur milieu gélosé après ajout de l'extrait à étudier et incubation pendant une période allant de 8 à 11 jours selon le champignon utilisé. La durée d'incubation est déterminée par rapport au temps nécessaire à chaque champignon pour recouvrir totalement la surface de la boîte de Petri en l'absence d'extraits.

✓ *Prosopis africana*

Les résultats concernant les extraits obtenus à partir de *Prosopis africana* sont rapportés dans les figures 12, 13, 14, 15 et 16.

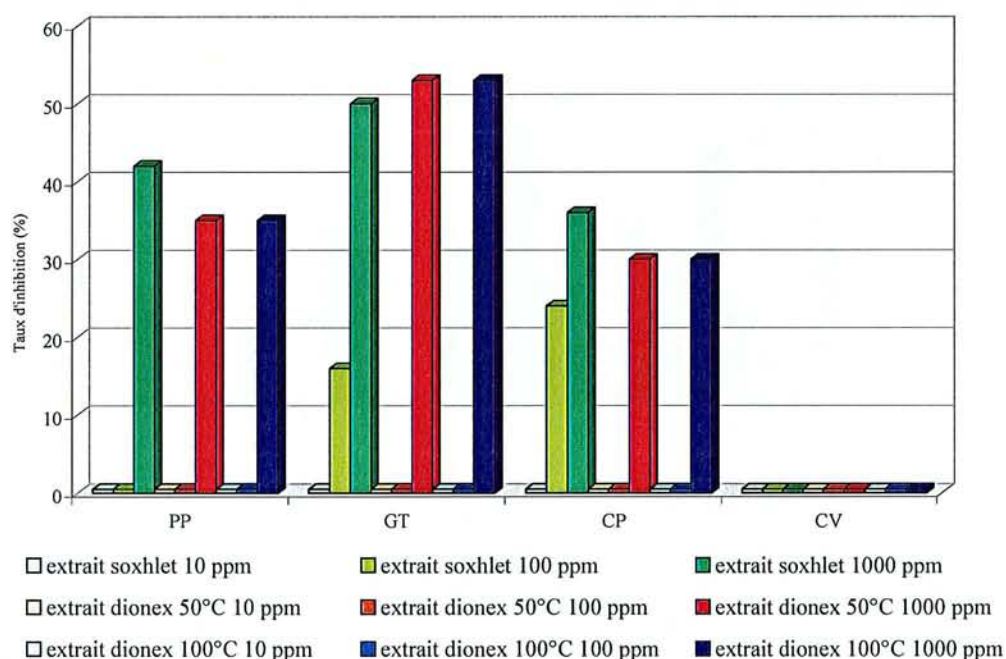


Figure 12. Inhibition de la croissance des champignons par les différents extraits de *Prosopis africana* obtenus à l'aide du mélange toluène/éthanol

On peut observer que globalement l'ensemble des extraits inhibe la croissance de *Poria placenta* (PP), *Gloeophyllum trabeum* (GT) et *Coniophora puteana* (CP), qui sont trois pourritures brunes cubiques, alors qu'ils semblent avoir peu d'effets sur *Coriolus versicolor* (CV) qui est une pourriture blanche.

Dans tous les cas, les activités inhibitrices dépendent de la concentration des extraits utilisés et observables à partir de 1000 ppm. Le type d'extraction utilisée a peu d'influence sur l'activité antifongique observée.

A titre indicatif, la figure 13 montre l'aspect des observations visuelles effectuées.



Figure 13. Influence des substances contenues dans l'extrait toluène/éthanol de *Prosopis africana* sur la croissance de *Poria placenta*

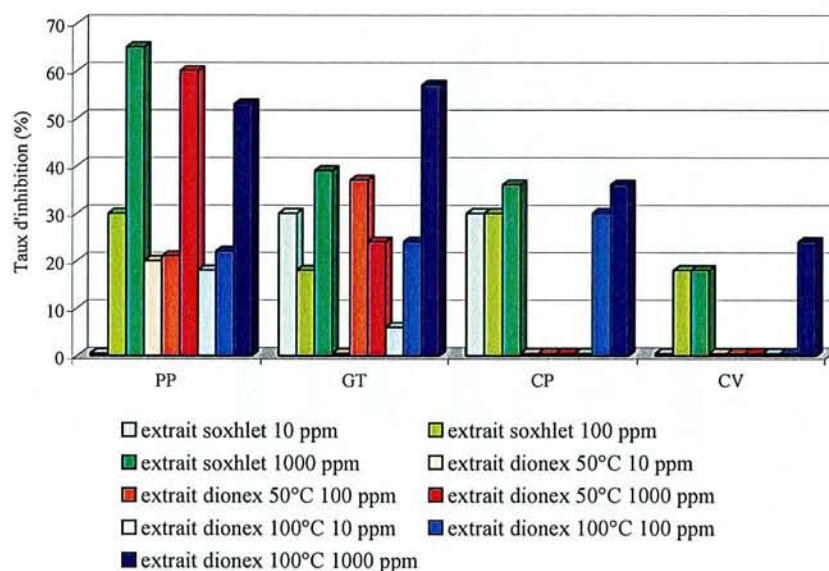


Figure 14. Inhibition de la croissance des champignons par les différents extraits de *Prosopis africana* obtenus à l'aide de l'acétone

Comme précédemment, on observe une activité plus importante dans le cas des pourritures brunes comparativement à *Coriolus versicolor*. Les activités inhibitrices sont également à nouveau proportionnelles à la concentration d'extraits utilisée. Curieusement, les extraits Dionex obtenus à 50°C ont une activité aléatoire en fonction du champignon utilisé.

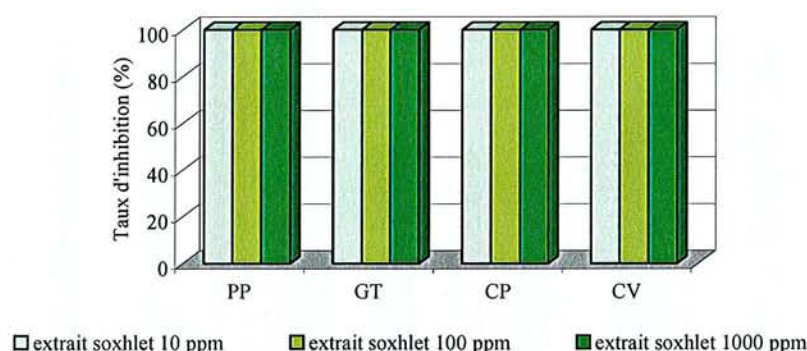


Figure 15. Inhibition de la croissance des champignons par les extraits étherés de *Prosopis africana*

Dans tous les cas, les extraits étherés de *Prosopis africana* présentent une forte activité antifongique se traduisant par une inhibition totale de la croissance du mycélium des champignons utilisés.

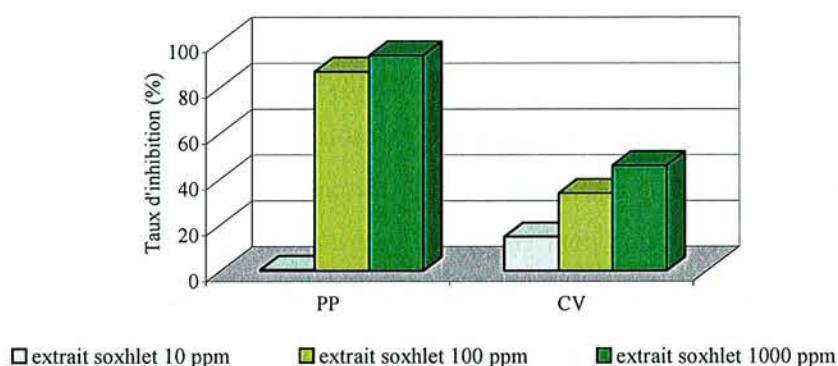


Figure 16. Inhibition de la croissance des champignons par les extraits aqueux de *Prosopis africana*

Les extraits aqueux présentent une activité plus importante sur *Poria placenta* que sur *Coriolus versicolor* qui corroborent les résultats obtenus avec les extraits organiques pour ce qui concerne la moindre résistance des pourritures brunes par rapport aux pourritures blanches.

✓ *Burkea africana*

Les résultats concernant les extraits obtenus à partir de *Burkea africana* sont rapportés dans les figures 17, 18, 19, 20 et 21.

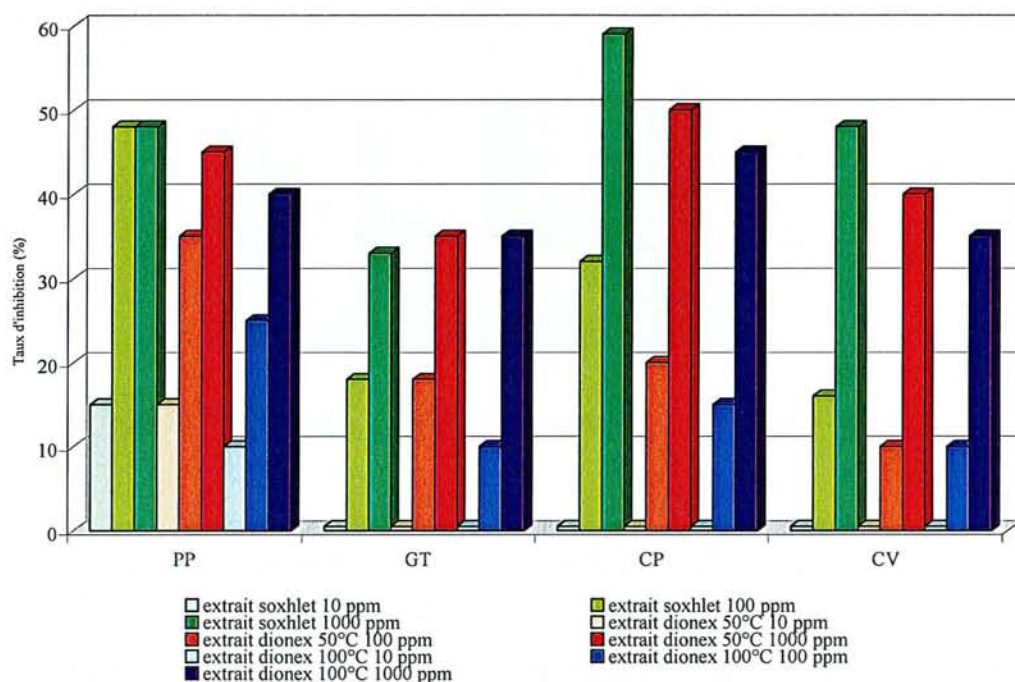


Figure 17. Inhibition de la croissance des champignons par les différents extraits de *Burkea africana* obtenus à l'aide du mélange toluène/éthanol

Pour les extraits obtenus à l'aide du mélange Toluène/Ethanol (Fig. 17), on peut remarquer que l'ensemble des extraits inhibe la croissance de tous les champignons. Les activités inhibitrices sont proportionnelles à la concentration des extraits utilisés et observables à partir de 100 ppm pour *Gloeophyllum trabeum*, *Coniophora puteana* et *Coriolus versicolor* et de 10 ppm pour *Poria placenta*. Le type d'extraction utilisée a ici aussi peu d'influence sur l'activité antifongique observée. A titre indicatif, la figure 18 montre l'aspect des observations visuelles effectuées.

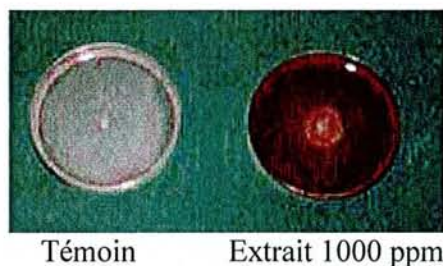


Figure 18. Influence des substances contenues dans l'extrait toluène/éthanol de *Burkea africana* sur la croissance de *Coniophora puteana*

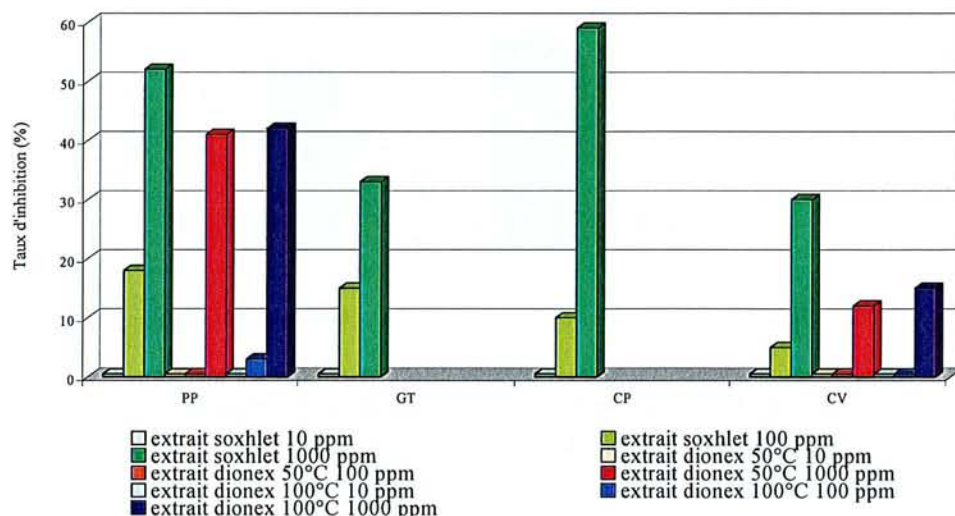


Figure 19. Inhibition de la croissance des champignons par les différents extraits de *Burkea africana* obtenus à l'aide de l'acétone

Bien que tous les types d'extraction n'aient pas été effectués, l'étude des extraits acétoniques (Fig. 19) conduit pratiquement aux mêmes résultats que ceux obtenus avec le mélange toluène/éthanol. On observe une activité sur tous les champignons, détectable à partir de 100 ppm, qui devient beaucoup plus importante à 1000 ppm.

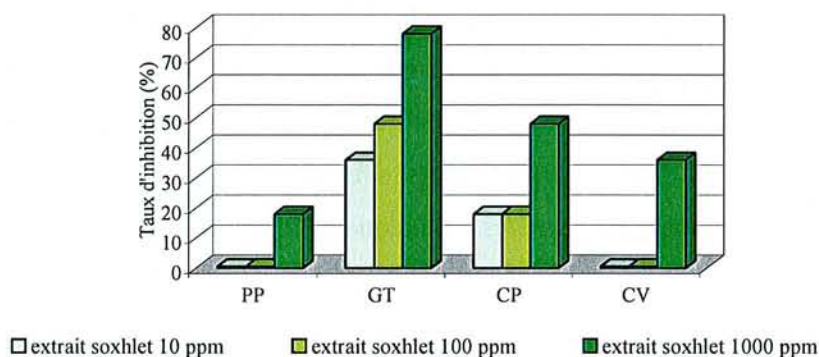


Figure 20. Inhibition de la croissance des champignons Par les extraits étherés de *Burkea africana*

Les résultats obtenus avec les extraits étherés de *Burkea* (Fig. 20) sont moins bons que ceux qui avaient été obtenus avec *Prosopis africana*. Les concentrations importantes indiquent un effet antifongique variable selon le champignon utilisé, l'activité étant plus grande pour *Gloeophyllum trabeum* et *Coniophora puteana*.

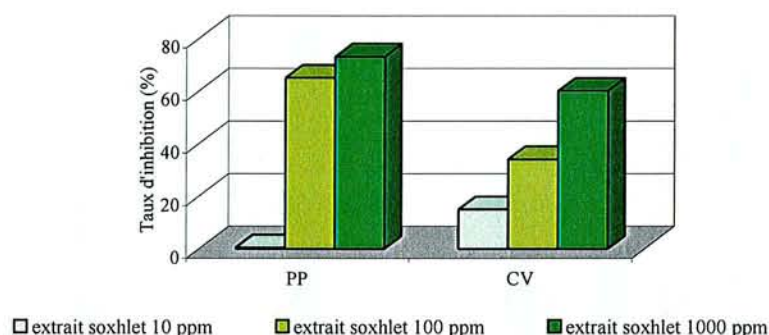


Figure 21. Inhibition de la croissance des champignons par les extraits aqueux de *Burkea africana*

Les extraits aqueux (Fig 21) présentent une activité plus importante sur *Poria placenta* que sur *Coriolus versicolor* qui corroborent les résultats obtenus avec les extraits organiques pour ce qui concerne la moindre résistance des pourritures brunes par rapport aux pourritures blanches.

4.2.1.2. Durabilité des bois

L'objectif de cette étude est de déterminer l'influence des matières extractibles sur la durabilité naturelle des bois étudiés et de confirmer les résultats obtenus en boîtes de Petri.

Pour cela, nous avons fait subir aux trois essences dont nous disposons des extractions au Soxhlet à l'aide de différents solvants (eau, acétone, éther et mélange toluène/éthanol), puis exposé ces dernières à l'attaque de différents champignons.

✓ Tests de courte durée

Les figures 22, 23 et 24 rapportent les pertes de masse des bois de *Pterocarpus erinaceus*, *Prosopis africana* et *Burkea africana* dues à l'attaque de différents champignons (*Coriolus versicolor*, *Poria placenta*, *Gloeophyllum trabeum*, *Coniophora puteana*, *Phanerochaete chrysosporium*) après dix semaines d'exposition.

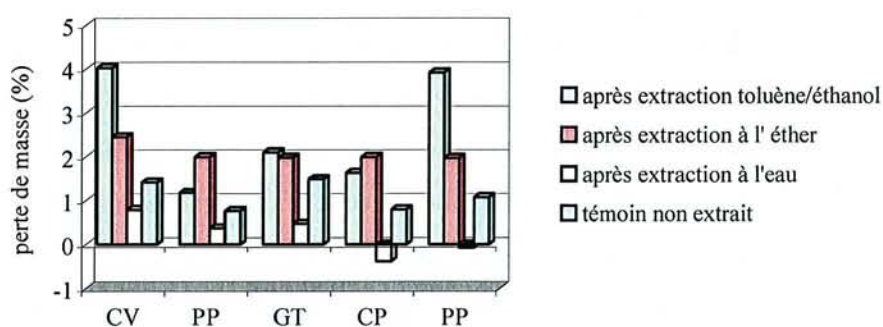


Figure 22. Pertes de masse des éprouvettes de *Pterocarpus erinaceus* extraites ou non après 2,5 mois d'exposition aux champignons

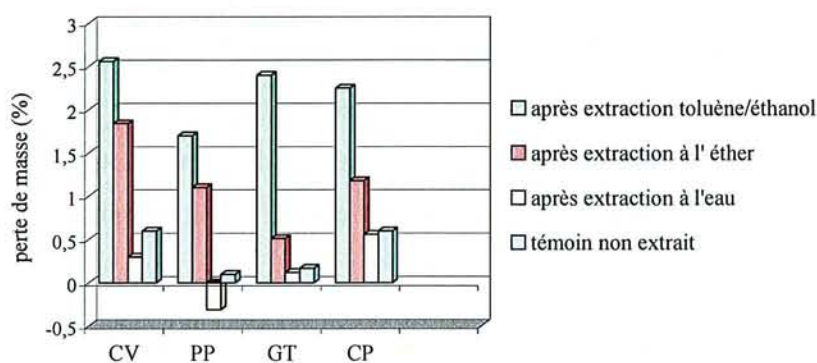


Figure 23. Pertes de masse des éprouvettes de *Prosopis africana* extraites ou non après 2,5 mois d'exposition aux champignons

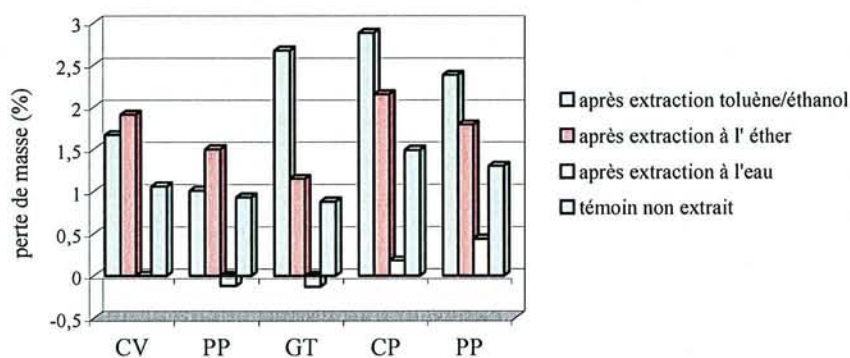


Figure 24. Pertes de masse des éprouvettes de *Burkea africana* extraites ou non après 2,5 mois d'exposition aux champignons

Le comportement des trois essences de bois est assez similaire. Dans tous les cas, il est important de noter que l'on observe des pertes de masse relativement faibles, n'excédant jamais 4 %, comparativement aux essences européennes habituellement étudiées au laboratoire. On peut toutefois dégager les tendances suivantes : les pertes de masse sont plus importantes pour les bois ayant subi des extractions avec les mélanges toluène/éthanol et dans une moindre mesure pour les bois ayant subi une extraction à l'éther relativement à ceux extraits à l'eau. Dans ces derniers cas, on observe une résistance équivalente voire meilleure au bois non extrait. Les substances antifongiques semblent donc plutôt localisées dans les extraits organiques ou mixtes.

✓ *Tests de longue durée*

Des essais ont également été menés sur une durée de 16 semaines en utilisant des éprouvettes ayant ou non subi des extractions. De façon à se faire une meilleure idée de la durabilité des bois africains étudiés, nous avons utilisé des éprouvettes de hêtre comme témoin de virulence de l'attaque fongique. Les résultats obtenus sont rapportés dans les tableaux 11, 12 et 13.

Tableau 11. Pertes de masse des éprouvettes de *Prosopis africana* extraites ou non dues à l'attaque de *Coriolus versicolor*

Type d'éprouvettes	Perte de masse (%)	Coefficient de correction	Perte de masse corrigée (%)	Taux d'humidité (%)
Extraites à l'acétone	1,85	0,92	0,93	23,21
Extraites à l'éther	2,36	0,75	1,61	21,88
Extraites au toluène/éthanol	2,80	0,96	1,84	24,49
Témoin <i>Prosopis africana</i>	4,06	3	1,06	17,6
Témoin <i>Fagus sylvatica</i>	36	-	36	38,18

Tableau 12. Pertes de masse des éprouvettes de *Pterocarpus erinaceus* extraites ou non dues à l'attaque de *Coriolus versicolor*

Type d'éprouvettes	Perte de masse (%)	Coefficient de correction	Perte de masse corrigée (%)	Taux d'humidité (%)
Extraites à l'acétone	4,5	0,95	3,55	30,75
Extraites à l'éther	1,79	0,70	1	30,83
Extraites au toluène/éthanol	2,40	0,96	1,44	27,35
Témoin <i>Pterocarpus erinaceus</i>	4,78	2,8	1,98	23,78
Témoin <i>Fagus sylvatica</i>	26,91	-	26,91	37,01

Tableau 13. Pertes de masse des éprouvettes de *Burkea africana* extraites ou non dues à l'attaque de *Coriolus versicolor*

Type d'éprouvettes	Perte de masse (%)	Coefficient de correction	Perte de masse corrigée (%)	Taux d'humidité (%)
Extraites à l'acétone	3,86	0,95	2,91	27,19
Extraites à l'éther	2,44	0,27	2,17	27
Extraites au toluène/éthanol	3,44	0,90	1,16	25,79
Témoin <i>Burkea africana</i>	5,3	3	2,54	22,46
Témoin <i>Fagus sylvatica</i>	35,35	-	35,35	37,05

On retrouve exactement les mêmes résultats que ceux qui avaient été observés lors des essais de courte durée, du moins pour ce qui est comparable. Les pertes de masse sont faibles avant correction et encore plus faibles après avoir pris en compte le coefficient de correction traduisant la diffusion de matière dans le milieu. Les extraits acétoniques semblent avoir un effet antifongique un plus important dans le cas de *Prosopis africana* et *Pterocarpus erinaceus*, alors que l'extrait étheré semble un peu plus efficace pour *Burkea africana*. Dans tous les cas les témoins de hêtre sont très fortement attaqués comparativement à toutes les essences africaines. L'influence des matières extractibles reste toutefois peu marquée et ne permet pas d'expliquer à elle seule la forte durabilité des bois étudiés.

Une explication plausible à la plus grande durabilité pourrait être le caractère très hydrophobe des trois essences testées. En effet, le taux d'humidité à l'issue des seize semaines d'incubation, calculé à partir des masses humides des éprouvettes, indique que les éprouvettes de bois africains sont bien en dessous du point de saturation des fibres créant des conditions de croissance difficiles pour les champignons. Le même calcul effectué dans le cas du hêtre indique un taux d'humidité bien supérieur de l'ordre de 35 %, alors qu'il était compris entre 17 et 22 % selon la nature de bois africain utilisé.

4.2.2. Propriétés anti-termites

Les résultats obtenus sont rapportés dans les tableaux 14, 15 et 16.

Tableau 14. Résistance des éprouvettes de *Prosopis africana* extraites ou non à *Reticulitermes santoninsis* (Feytaud)

Type d'éprouvettes	Degré d'attaque	Taux de survie (%)		
		Global	Ouvriers	Soldats et nymphes
Extraites à l'acétone	1	0	0	0
Extraites à l'éther	1	0	0	0
Extraites au toluène/éthanol	1	0	0	0
Témoin	1	0	0	0
Témoin (hêtre)	3,4	78	71,6	6,4

Tableau 15. Résistance des éprouvettes de *Burkea africana* extraites ou non à *Reticulitermes santoninsis* (Feytaud)

Type d'éprouvettes	Degré d'attaque	Taux de survie (%)		
		Global	Ouvriers	Soldats et nymphes
Extraites à l'acétone	1	0	0	0
Extraites à l'éther	1,5	0	0	0
Extraites au toluène/éthanol	1	1,6	1,6	0
Témoin	1	3,86	3,86	0
Témoin (hêtre)	3,4	78	71,6	6,4

Tableau 16. Résistance des éprouvettes de *Pterocarpus erinaceus* extraites ou non à *Reticulitermes santoninsis* (Feytaud)

Type d'éprouvettes	Degré d'attaque	Taux de survie (%)		
		Global	Ouvriers	Soldats et nymphes
Extraites à l'acétone	2,3	0	0	0
Extraites à l'éther	1	1,8	1,8	0
Extraites au toluène/éthanol	2,66	4,5	4,5	0
Témoin	1	1,6	1,6	0
Témoin (hêtre)	3,4	78	71,6	6,4

Les résultats obtenus montrent une très forte durabilité des essences africaines, excepté pour *Pterocarpus erinaceus*. Dans ce dernier cas, les extraits obtenus avec le mélange toluène/éthanol ou l'acétone semblent jouer un rôle important au niveau de la durabilité naturelle vis à vis des termites puisque leur extraction conduit à un bois de durabilité moyenne (degré d'attaque égal à 2,6 et 2,3 respectivement), avec toutefois une forte mortalité des termites à la fin de l'essai. Les deux autres essences conservent leur durabilité avec ou sans extraction préalable en conduisant également à une forte mortalité des termites s'expliquant soit par la présence de substances biocides, soit par la présence de substances anti-appâtantes ne permettant plus à ces dernières de s'alimenter et provoquant leur mort. Les bois de hêtre utilisés comme référence sont fortement dégradés indiquant la virulence des termites utilisés.

4.3. Causes de la durabilité

4.3.1. Caractère hydrophobe

a) Influence des extraits sur la stabilité dimensionnelle et le gonflement

L'influence des extraits sur la stabilisation dimensionnelle est évaluée par la mesure de l'ASE (Anti Swelling Efficiency). Cette valeur exprime, en pourcentage, la réduction du gonflement (ou du retrait) du bois renfermant les différents extraits par rapport au bois ayant subi une extraction. Elle est déterminée à l'aide d'éprouvettes normalisées extraites ou non à partir des formules suivantes :

$$S (\%) = ((V_h - V_s) / V_s) \times 100$$

où S est le coefficient de gonflement, V_h le volume du bois humide et V_s le volume du bois sec,

$$ASE (\%) = ((S_0 - S_1)/S_0) \times 100$$

où S_0 est le coefficient de gonflement du bois extrait et S_1 celui du bois contenant les extraits. Les résultats obtenus sont rapportés dans le tableau 17.

Tableau 17. Coefficients de gonflement et influence des extraits sur la stabilité dimensionnelle

Essence	Extraction						
	Aucune	Toluène/Ethanol		Ether		Acétone	
	S (%)	S (%)	ASE (%)	S (%)	ASE (%)	S (%)	ASE (%)
<i>Pterocarpus erinaceus</i>	6,09	9,53	36,09	9,72	37,34	9,34	34,79
<i>Prosopis africana</i>	5,99	4,93	-21,50	5,86	-2,20	7,87	23,88
<i>Burkea africana</i>	6,10	6,47	5,71	10,97	44,39	6,65	8,27
<i>Fagus sylvatica</i>	19	-	-	-	-	-	-

Plusieurs constatations peuvent être faites à la lecture du tableau 17. La première concerne la différence de comportement vis à vis du gonflement entre les bois africains et le hêtre. En effet, alors que les trois essences tropicales ont des coefficients de gonflement proches de 6, le hêtre présente un coefficient de gonflement plus de trois fois supérieur expliquant la plus grande reprise en humidité observée lors des essais biologiques. La seconde concerne l'influence des extraits sur le gonflement et la stabilisation dimensionnelle. Excepté pour l'extrait étheré de *Prosopis africana*, les extraits présentant un caractère hydrophobe, tels que les extraits étherés ou acétoniques, ont tendance à stabiliser dimensionnellement le bois du fait du moindre gonflement observé lorsqu'ils sont présents dans le bois. Le comportement des extraits obtenus avec le mélange toluène/éthanol, contenant à la fois des composés hydrophobes et hydrophiles, semble avoir un effet moins important sur la stabilisation dimensionnelle probablement du fait de l'action antagoniste de ces deux types d'extraits, les extraits hydrophobes jouant le rôle de barrière empêchant la pénétration de l'eau, alors que les extraits hydrophiles agiraient de la même manière que les polyéthylèneglycols en maintenant les parois cellulaires dans un état de gonflement permanent.

Le rôle des matières extractibles à l'échelle macroscopique a été confirmé à l'échelle microscopique par les travaux de Roboty qui a développé une méthode par microscopie

optique pour étudier le retrait radial et tangentiel (Roboty, 2002). Après avoir effectué des mesures sur différents échantillons de *Burkea africana* ayant ou non subi une extraction, ces résultats rapportent des différences assez significatives de gonflement radial ou tangentiel en fonction du type d'extraction (figure 25).

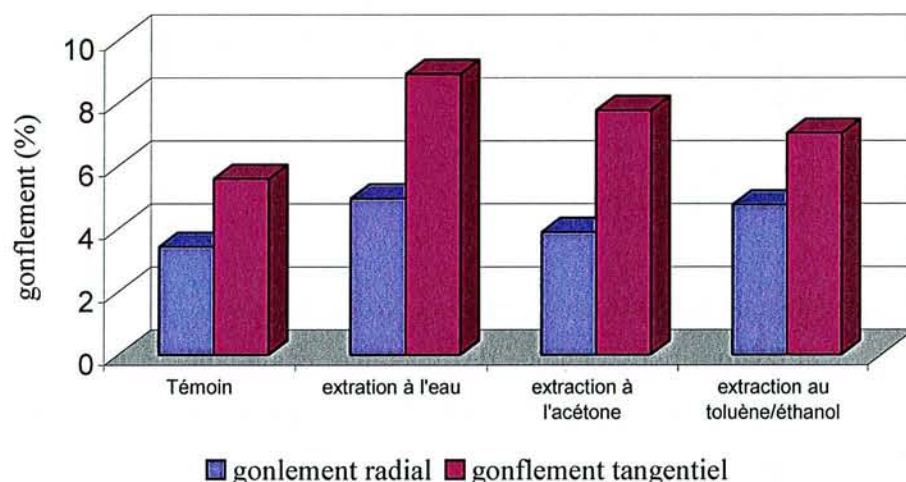


Figure 25. Comparaison des gonflements à l'échelle microscopique

b) Mouillabilité

Les résultats que nous avons obtenu en utilisant la méthode de Wilhelmy sont rapportés dans le tableau 18. Les valeurs obtenues ont été calculées sur la base de 3 plaquettes pour chaque traitement. Les écart-types sont faibles ($\pm 5^\circ$) et montrent que les résultats sont parfaitement reproductibles.

Tableau 18. Angles de contacts des différents bois ayant ou non subi une extraction

Essence	Extraction				
	Aucune	Toluène/ Ethanol	Ether	Acétone	Eau
<i>Prosopis africana</i>	95,5	86	63	74	110
<i>Pterocarpus erinaceus</i>	64,9	31,4	11	54	54
<i>Burkea africana</i>	62,5	53	28	77	47
<i>Fagus sylvatica</i>	0	-	-	-	-

Dans tous les cas, les angles de contact au recul (θ_r) obtenus sont égaux à zéro et seuls les angles de contact à l'avancée (θ_a) sont exploitables. Contrairement au hêtre, toutes les essences africaines envisagées présentent une moindre mouillabilité de surface permettant

même d'effectuer les mesures avec de l'eau comme liquide mouillant, alors que la littérature rapporte souvent l'utilisation de glycérol du fait de l'absorption trop rapide de l'eau par la plupart des essences étudiées (Edou Engonga, 2001). Parmi les trois essences étudiées, *Prosopis africana* apparaît comme l'essence présentant la surface la plus hydrophobe. A quelques exceptions près, l'extraction des matières extractibles conduit à un état de surface plus mouillant restant cependant assez hydrophobe comparativement à des essences plus classiques comme le hêtre ou le chêne.

4.3.2. Analyses chimiques

Les résultats que nous présentons dans cette dernière partie correspondent à une étude préliminaire de la composition chimique des bois africains étudiés et ne permettent que de tirer des conclusions partielles quant à la nature des substances impliquées dans la durabilité. Faute de temps, nous avons axé principalement nos efforts sur l'étude de *Burkea africana* et *Prosopis africana* qui avaient été peu décrits dans la littérature.

a) Composition chimique

Tableau 19. Composition chimique des bois de *Prosopis africana* et *Burkea africana*

	<i>Prosopis africana</i>	<i>Burkea africana</i>
Taux de lignine (%)	32,86	37,4
Taux de cendres (%)	0,56	0,53
Taux d'extraits (%) ^a	16,9	17,5

^a Extrait toluène/éthanol

Les moyennes obtenus sont calculés sur la base de 3 échantillons par type de sciures avec des écart-types faibles (moins de 3%).

b) Analyses infrarouge

Les analyses infrarouge des différents extraits de *Prosopis africana* et *Burkea africana* sont rapportées dans les figures 26 à 30.

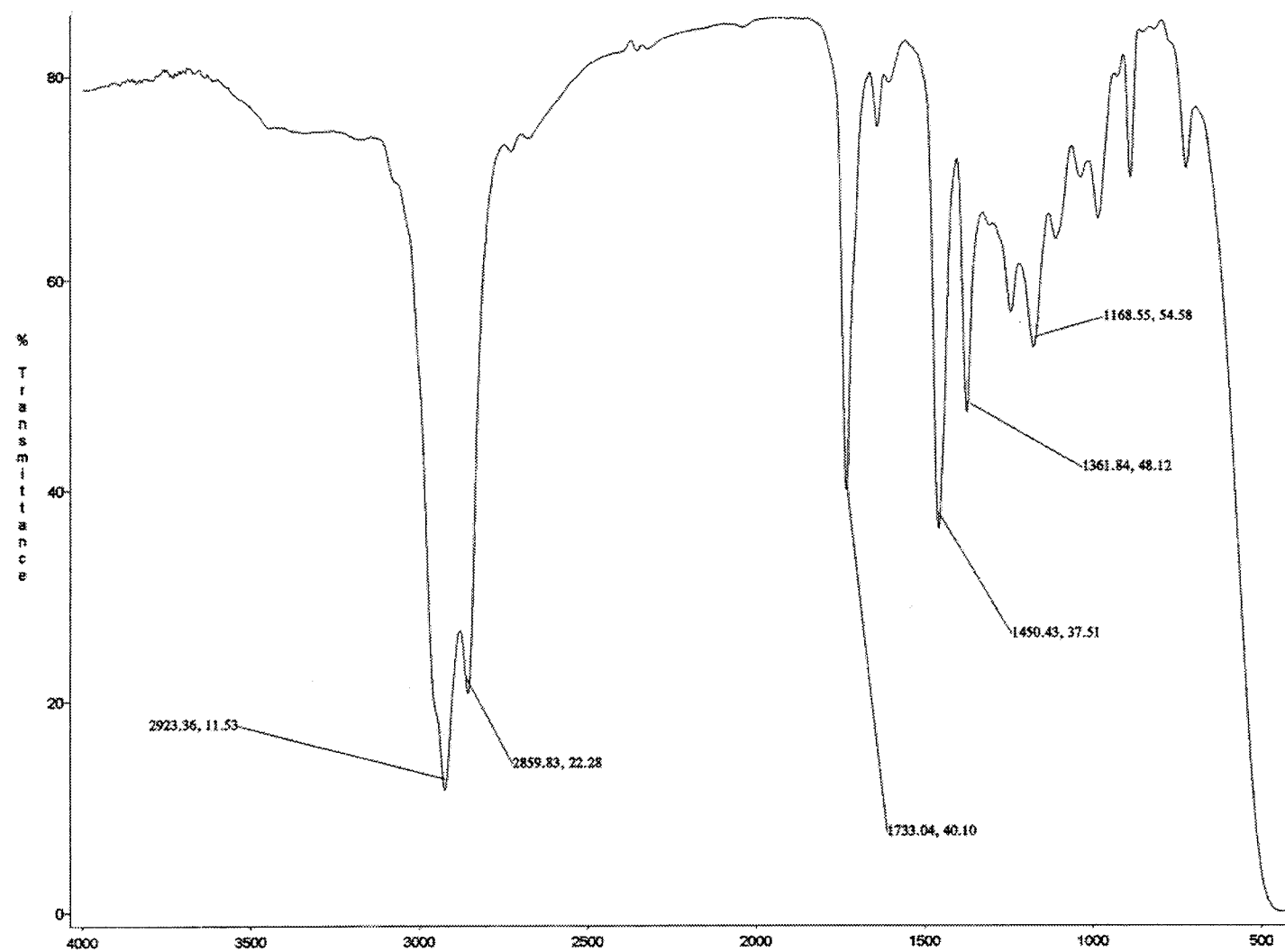


Figure 26. Spectre FTIR de l'extrait étheré de *Burkea africana*

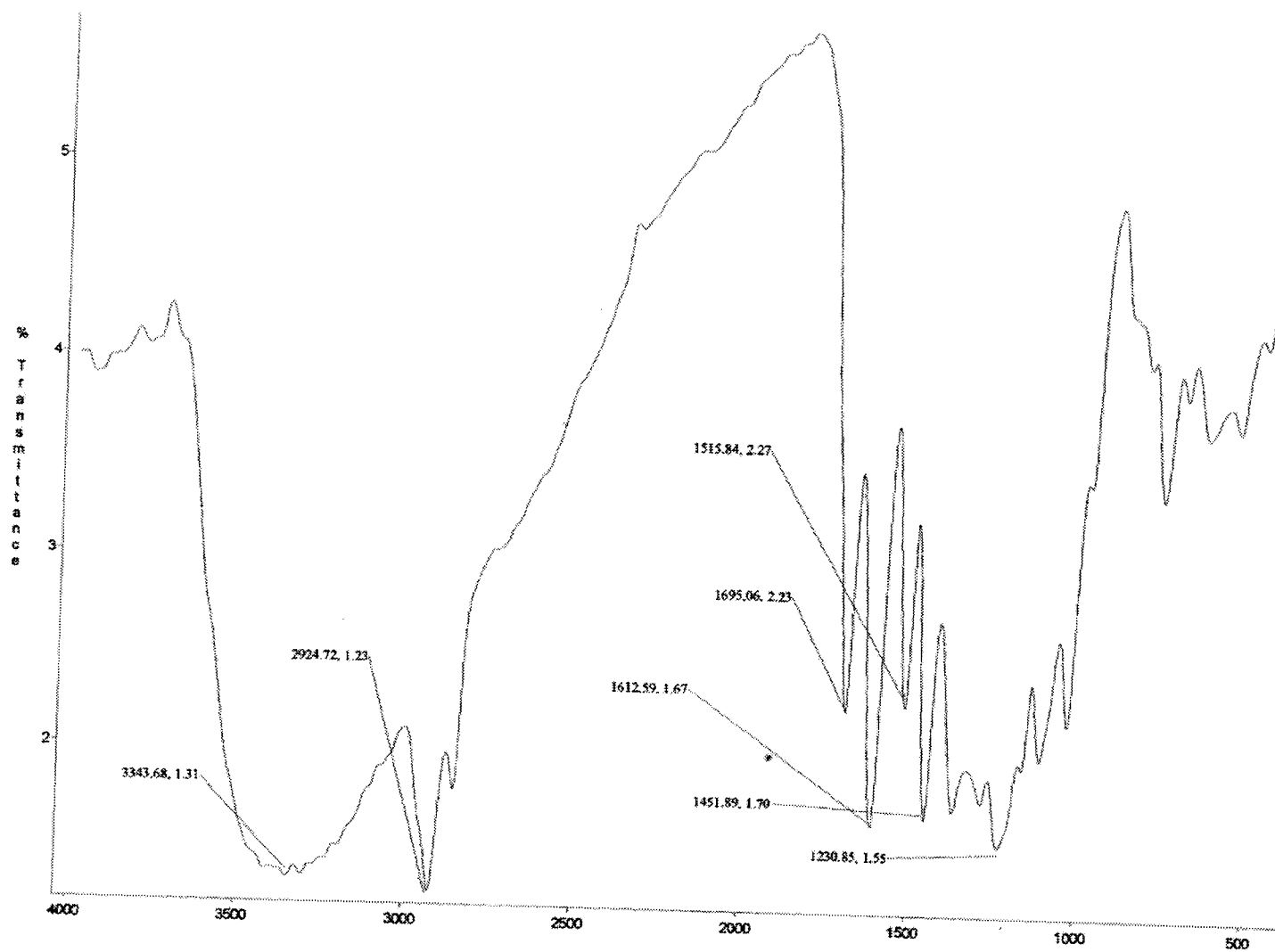


Figure 27. Spectre FTIR de l'extrait acétonique de *Burkea africana*

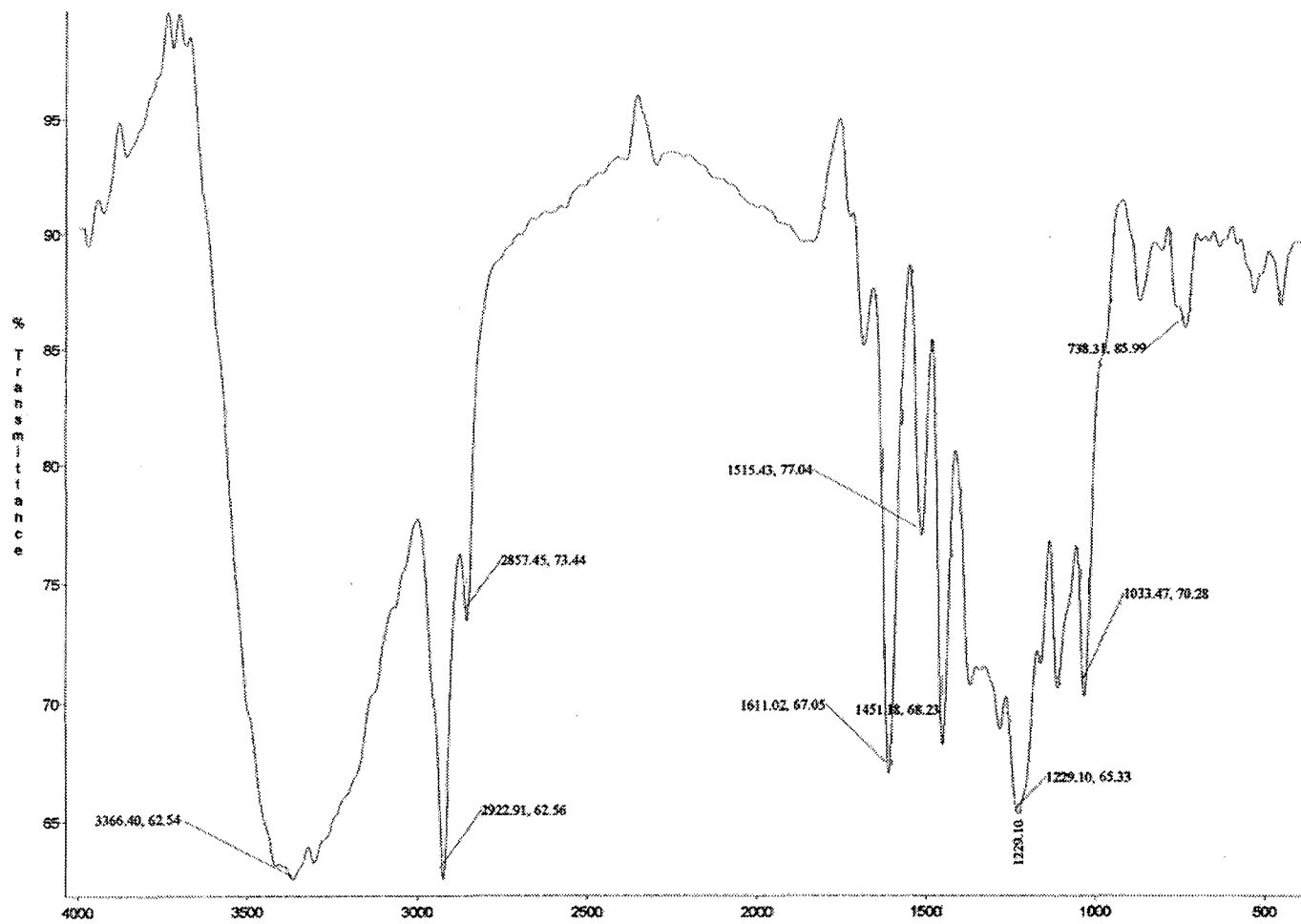


Figure 28. Spectre FTIR de l'extrait toluène/éthanol de *Burkea africana*

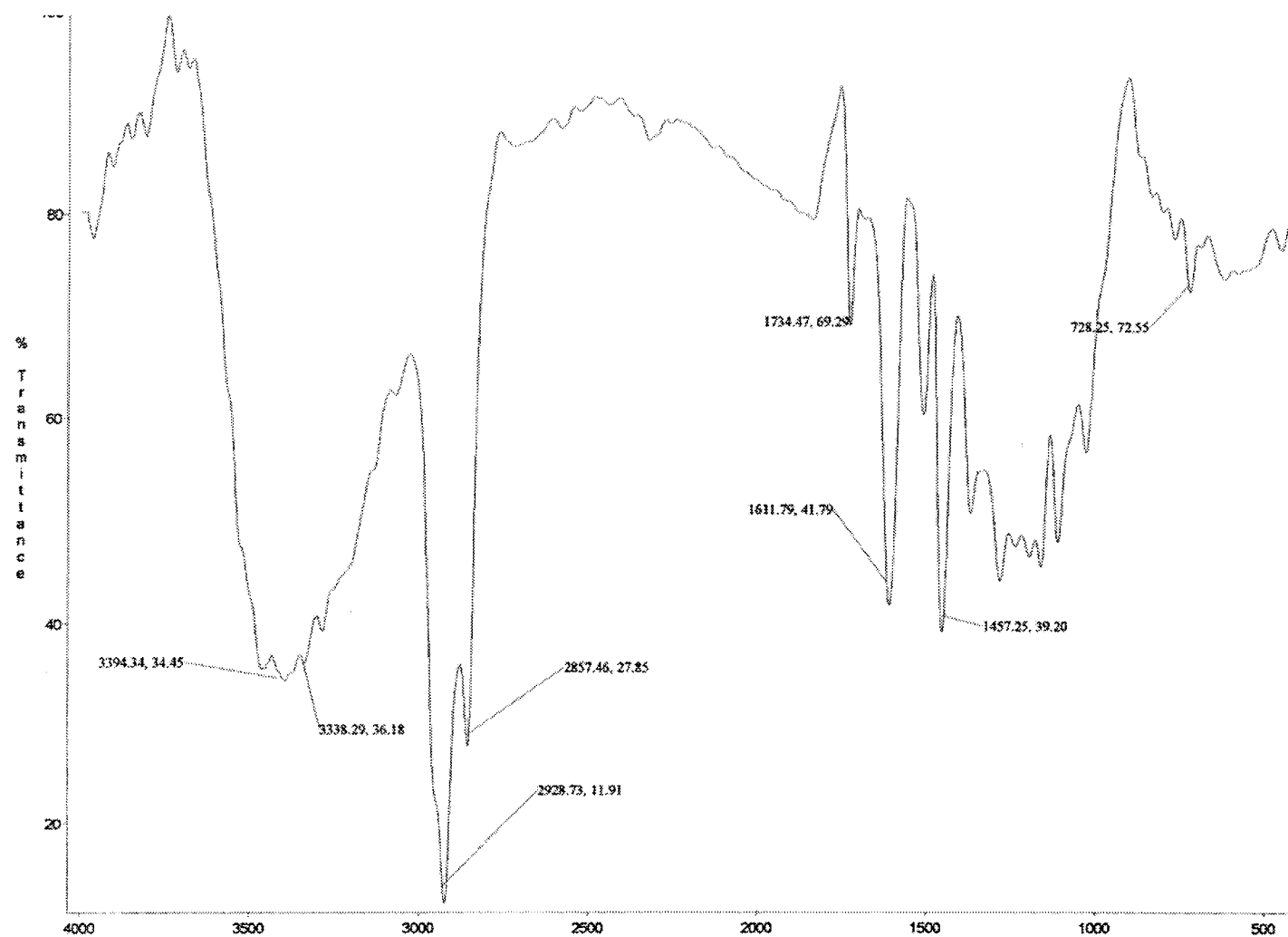


Figure 29. Spectre FTIR de l'extrait acétonique de *Prosopis africana*

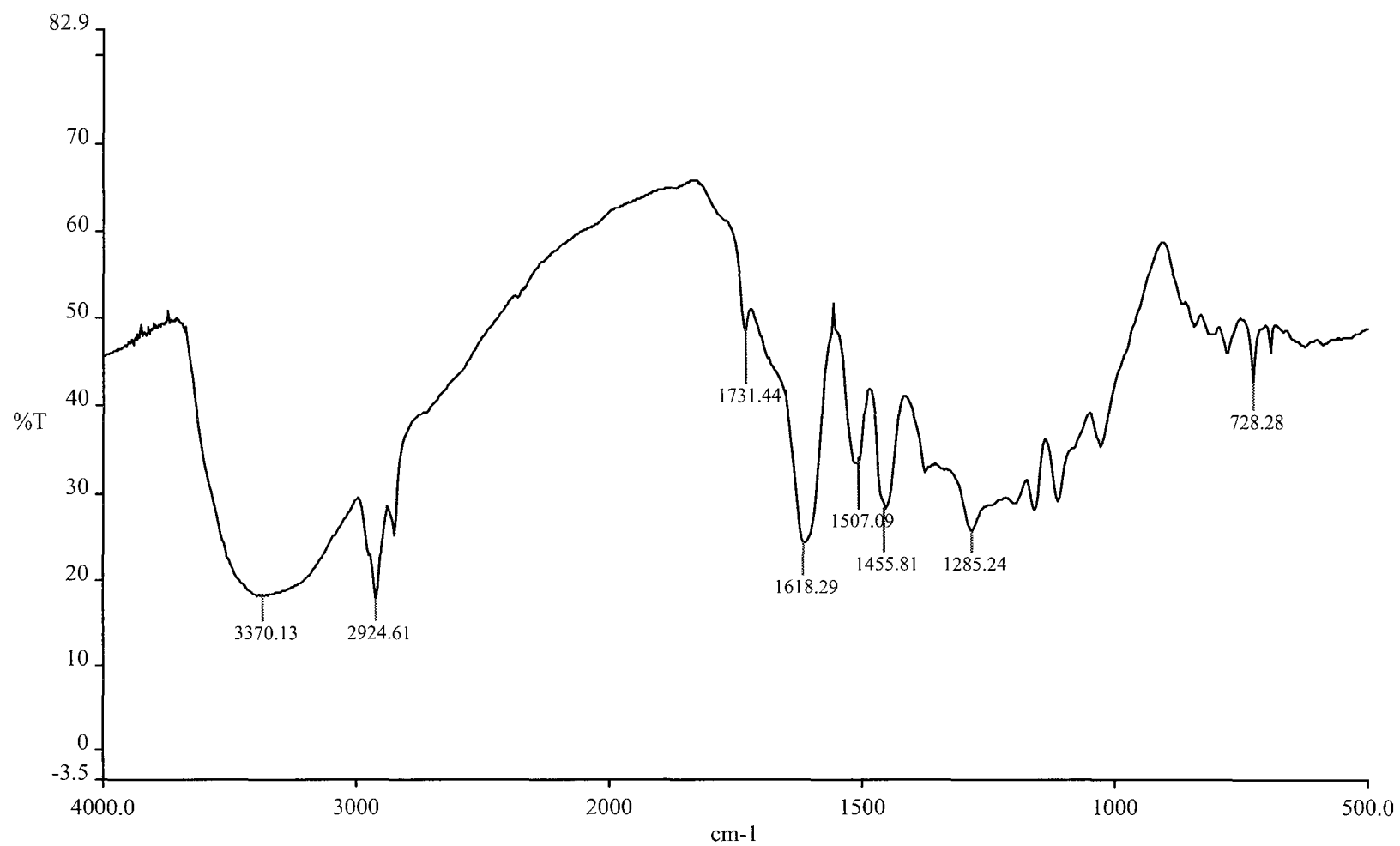


Figure 30. Spectre FTIR de l'extrait toluène/éthanol de *Prosopis africana*

L'analyse infrarouge des extraits de *Burkea africana* indique, comme cela était prévisible d'après les données de la littérature, que les extraits étherés renferment des composés assez différents de ceux contenus dans les extraits acétoniques et toluène/éthanol. La figure 26 montre des pics importants situés à 2923, 2800 et 1450 cm^{-1} caractéristiques de groupements CH_2 et CH_3 présents dans des composés tels que les cires, les graisses et les terpènes ainsi qu'un pic à 1730 cm^{-1} caractéristique de groupements carbonyle ($\text{C}=\text{O}$) présents dans les acides gras constitutifs des cires et des graisses. Les figures 27 et 28, correspondant aux extraits acétoniques et toluène/éthanol, indiquent la présence de composés phénoliques caractérisés par les fortes absorptions 3350, 1611, 1515 et 1450 cm^{-1} pouvant être dues à des composés tels que les tannins, lignanes ou autres flavonoïdes. A la différence de l'extrait acétonique, l'extrait toluène/éthanol, renferme également des composés de types cires ou graisses déjà observés dans l'extrait étheré.

L'analyse des extraits de *Prosopis africana* indique pratiquement les mêmes conclusions que précédemment. Les figures 29 et 30, correspondant aux extraits acétoniques et toluène/éthanol, indiquent essentiellement la présence de composés phénoliques ainsi que la présence d'une bande carbonyle plus ou moins marquée selon la nature du solvant d'extraction.

c) Analyses RMN

Les analyses RMN des différents extraits de *Prosopis africana* et *Burkea africana* se sont révélées moins intéressantes que les analyses infrarouge. En effet, pour des raisons de solubilité et de complexité des mélanges étudiés, les spectres obtenus se sont montrés difficilement exploitables.

A titre indicatif, les figures 31, 32 et 33 présentent les spectres protons obtenus à 400 MHz des différents extraits de *Burkea africana*.

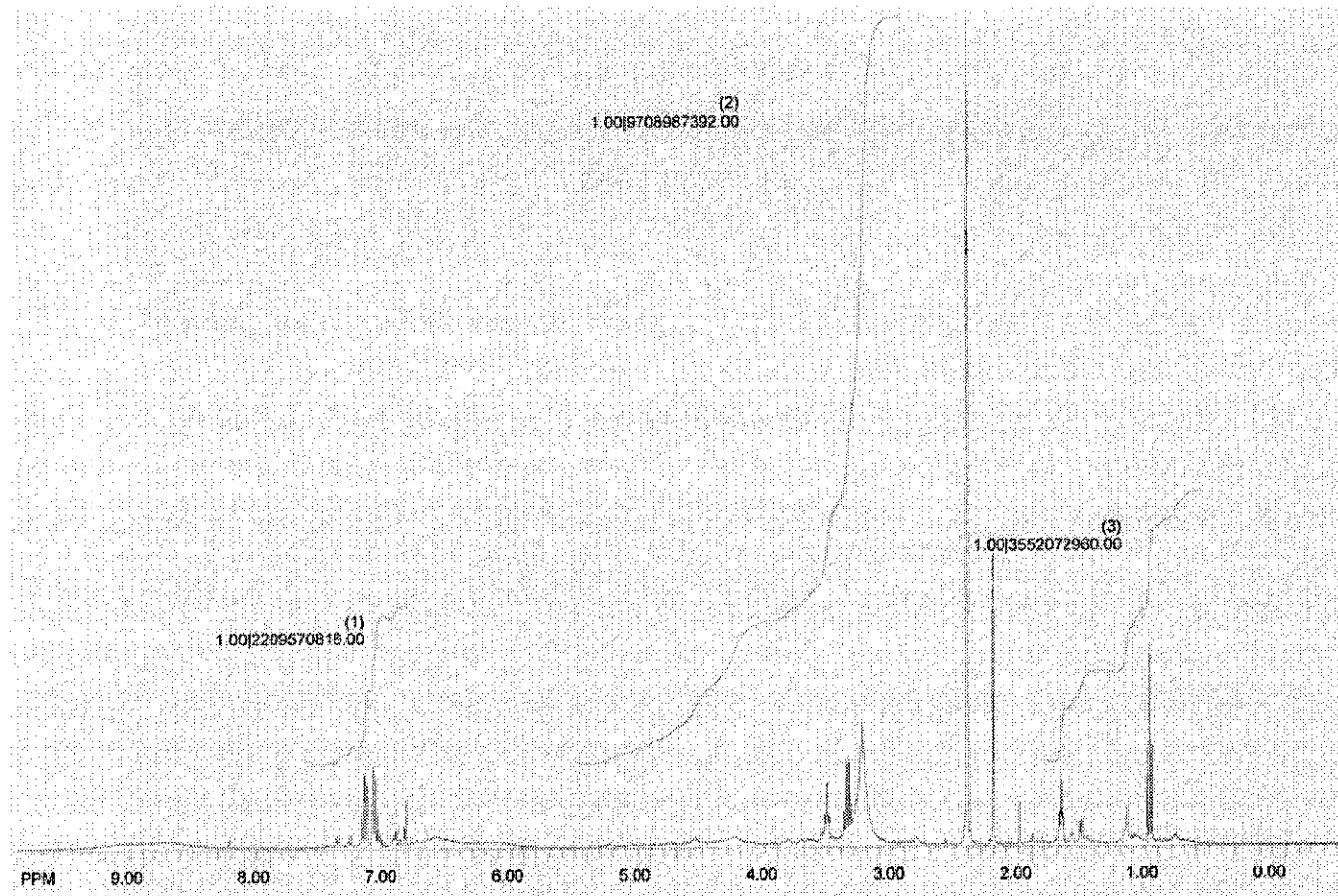


Figure 31. Spectre de RMN du proton de l'extrait toluène/éthanol de *Burkea africana*

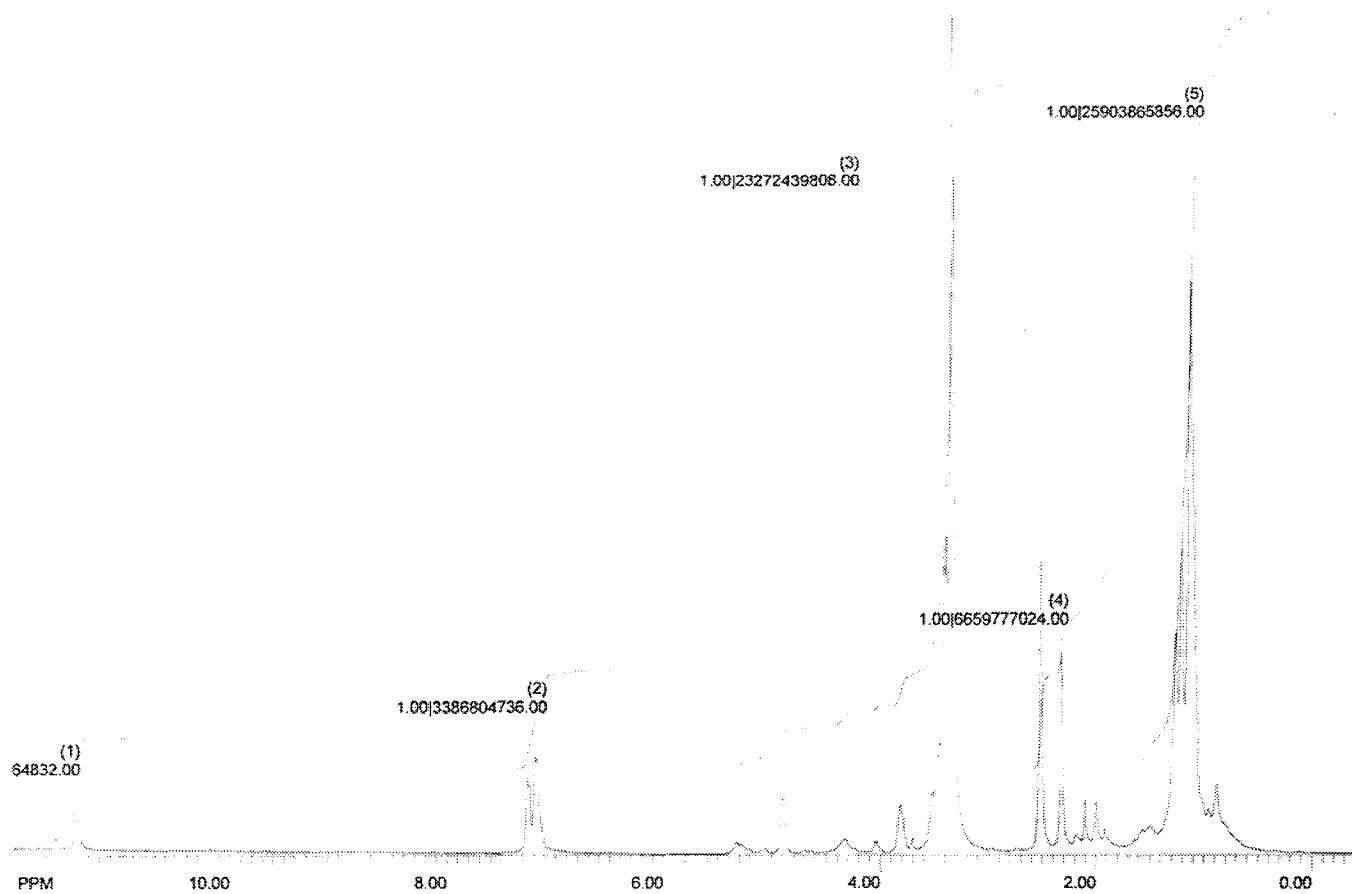


Figure 32. Spectre de RMN du proton de l'extrait étheré de *Burkea africana*

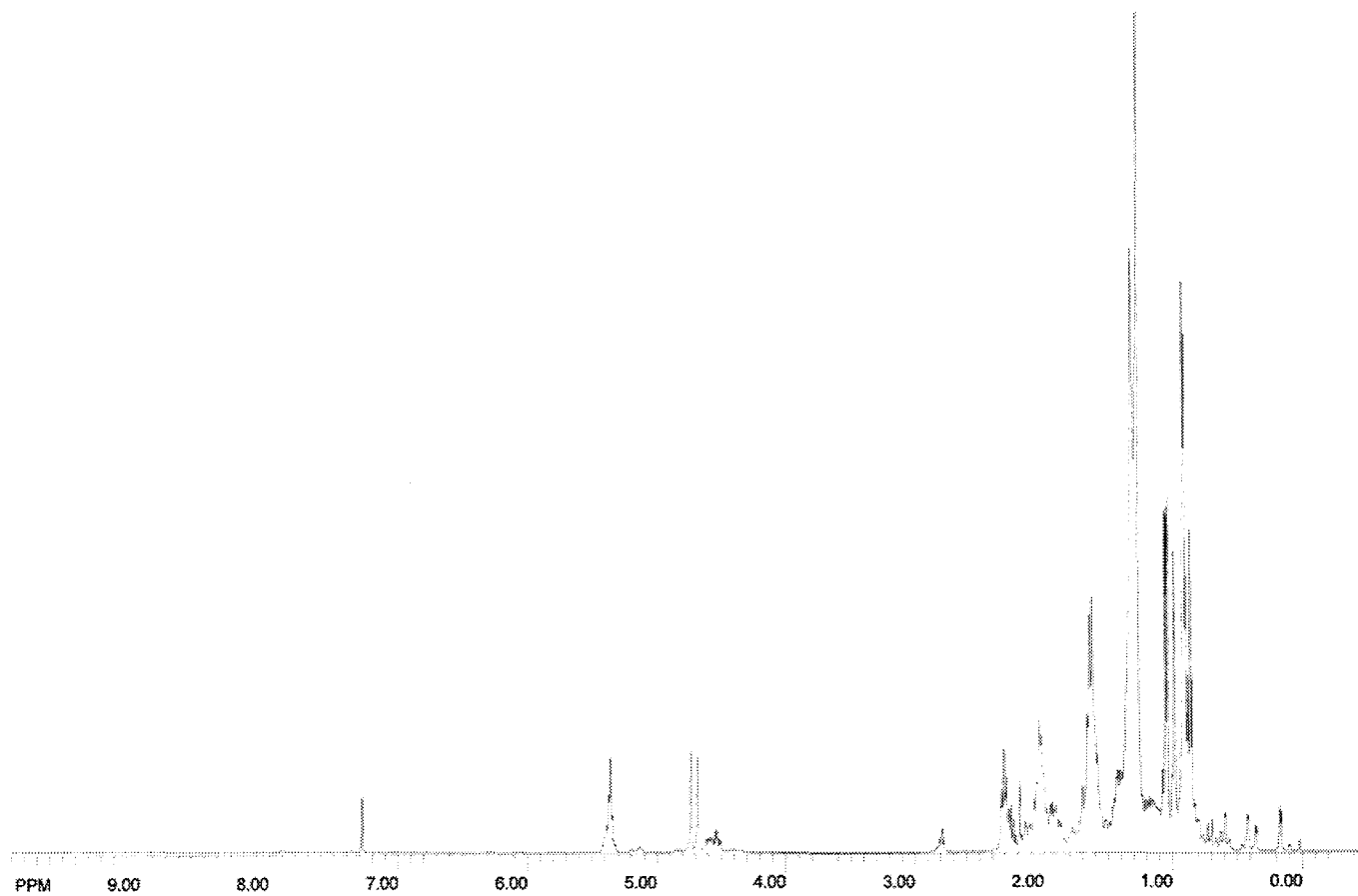


Figure 33. Spectre deRMN du proton de l'extrait acétonique de *Burkea africana*

d) Analyses chromatographiques en phase gazeuse couplées à la spectrométrie de masse

La figure 34 rapporte les analyses chromatographiques des différents extraits de *Burkea africana*.

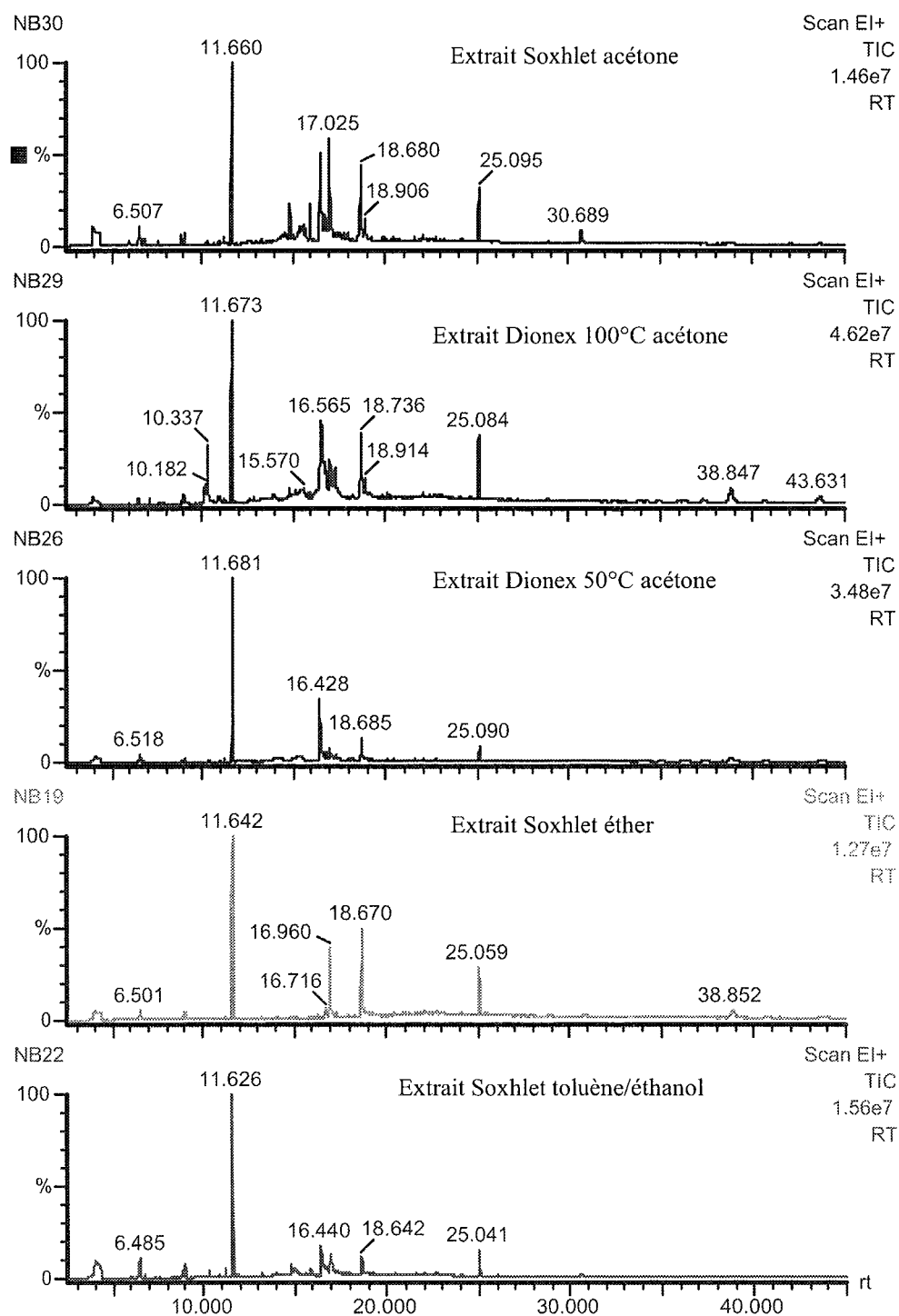


Figure 34. Analyses chromatographiques des différents extraits de *Burkea africana*

Contrairement à ce qui avait été observé par analyse infrarouge, les différents chromatogrammes obtenus en phase gazeuse indiquent pratiquement la présence des mêmes composés, du moins pour ce qui concerne les produits majoritaires. Une recherche à partir de la bibliothèque NIST fournie avec l'appareil permet d'identifier certains produits présents dans le mélange par comparaison de leur spectre de masse avec ceux des produits répertoriés dans la bibliothèque. Les figures 35, 36 et 37 montrent les résultats obtenus pour l'analyse des principaux produits du mélange sortant pour des temps de rétention de 11,6, 17,02 et 25,3 minutes.

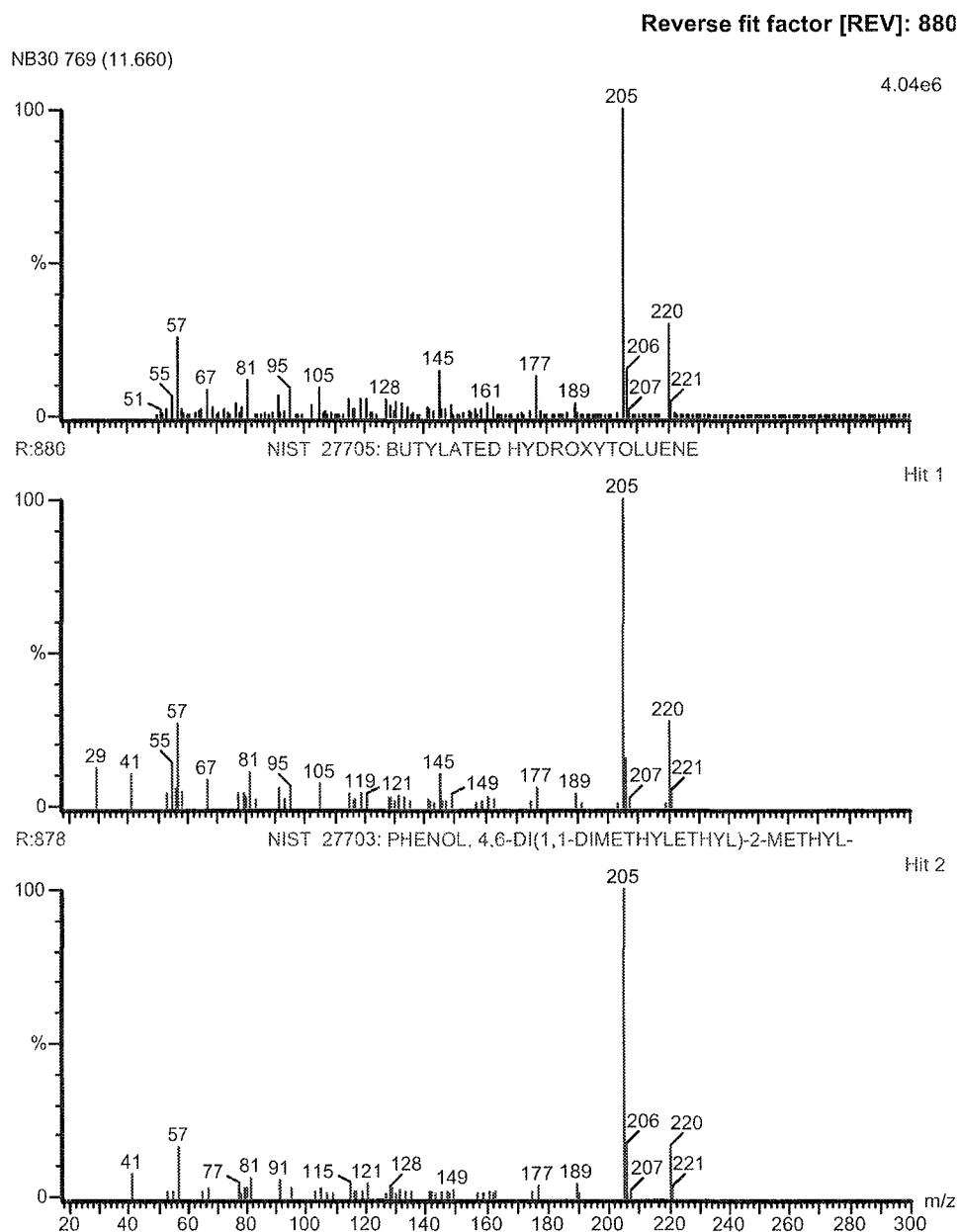
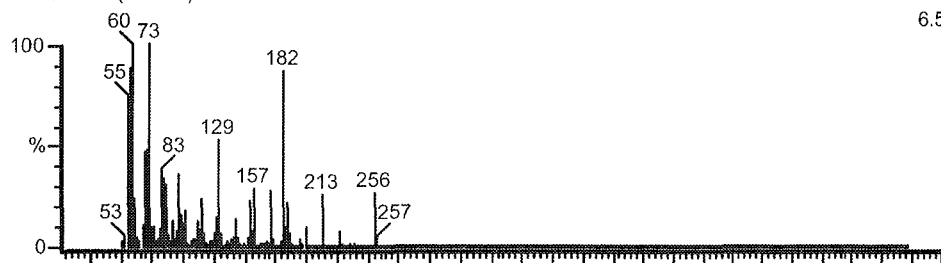


Figure 35. Identification du produit sortant à 11,6 minutes

Reverse fit factor [REV]: 762

NB30 1233 (17.025)

6.58e5



R:762

NIST 32398: TETRADECANOIC ACID, 12-METHYL-, (S)-

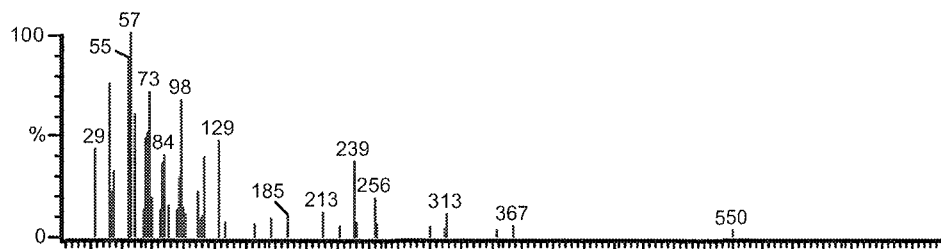
Hit 2



R:713

NIST 60429: HEXADECANOIC ACID, 2-HYDROXY-1,3-PROPANEDIYL ESTER

Hit 3



R:710

NIST 29646: TETRADECANOIC ACID

Hit 4



R:704

NIST 39258: DECANOIC ACID, SILVER(1+) SALT

Hit 5

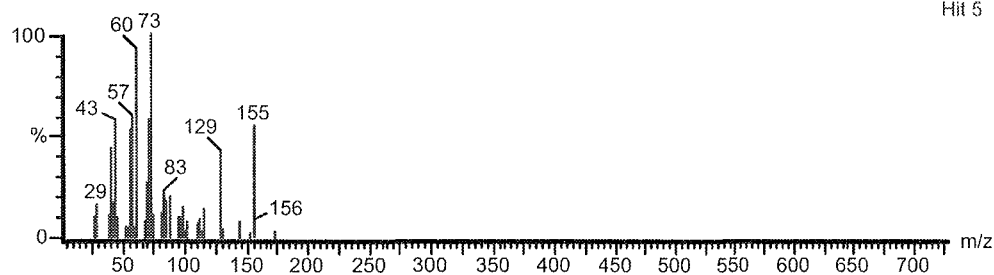


Figure 36. Identification du produit sortant à 17,02 minutes

Reverse fit factor [REV]: 896

NB30 1945 (25.095)

1.15e6

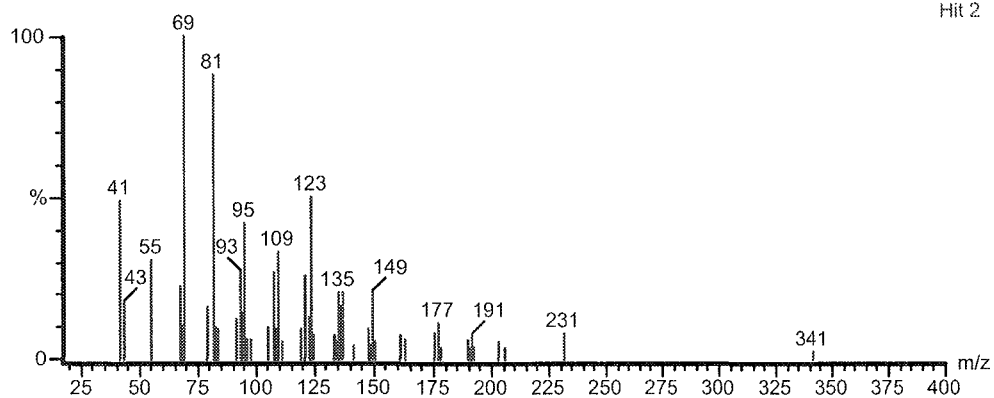
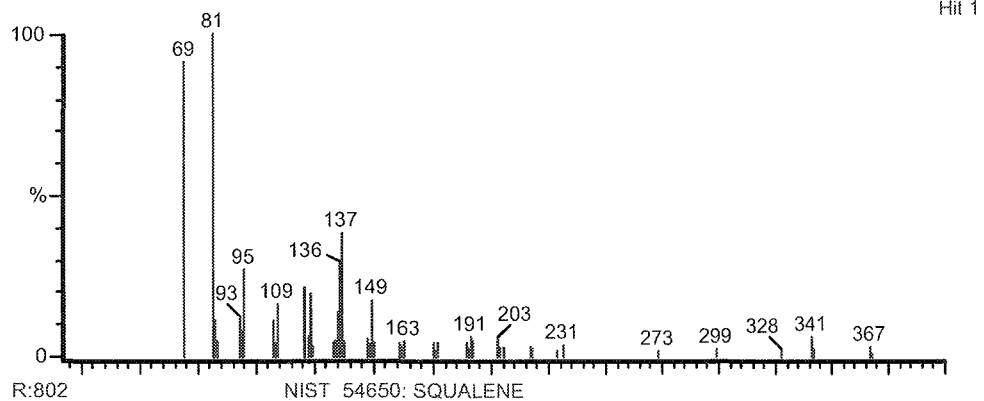
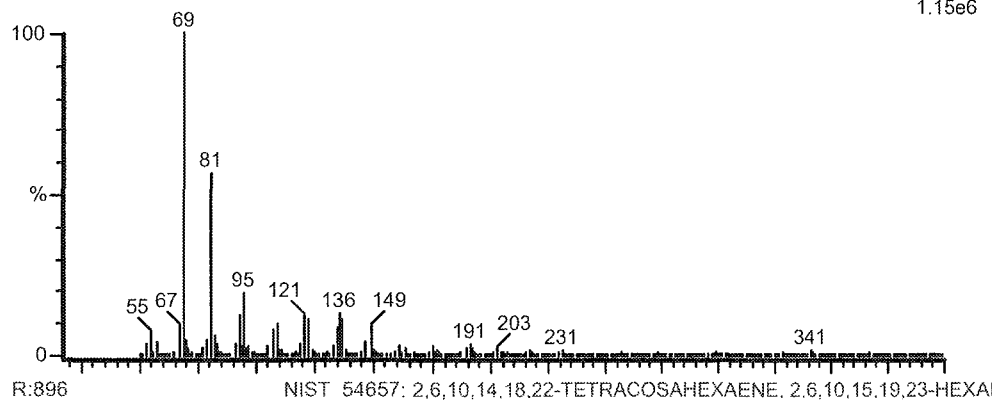


Figure 37. Identification du produit sortant à 25,3 minutes

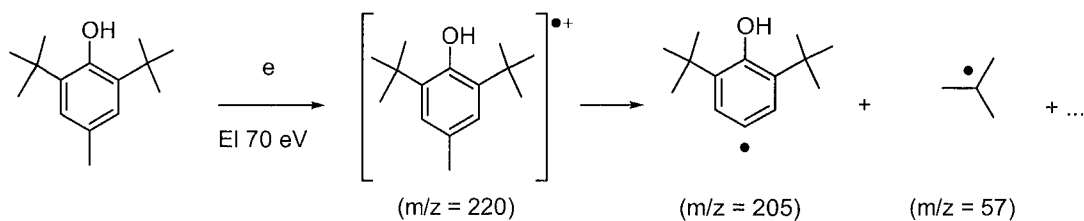
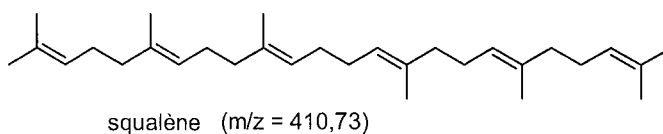


Figure 38. Fragmentation du BHT

- L'identification du produit sortant à 17 minutes est moins évidente très probablement du fait que ce pic ne correspond pas à un produit pur mais à un mélange de différents produits. Cependant les comparaisons avec les spectres de la bibliothèque laissent supposer qu'il pourrait s'agir d'un composé renfermant une chaîne grasse.

- Enfin, l'identification du produit à 25,3 minutes pourrait correspondre au squalène qui est un intermédiaire dans la biosynthèse des terpènes, mais également un pré-polymère de caoutchouc. La présence de squalène et de matières grasses pourrait expliquer le caractère hydrophobe des bois étudiés.



Pour confirmer les résultats précédents, nous avons comparé les temps de rétention des produits supposés présents dans le mélange avec ceux de produits purs achetés dans le commerce (figure 39).

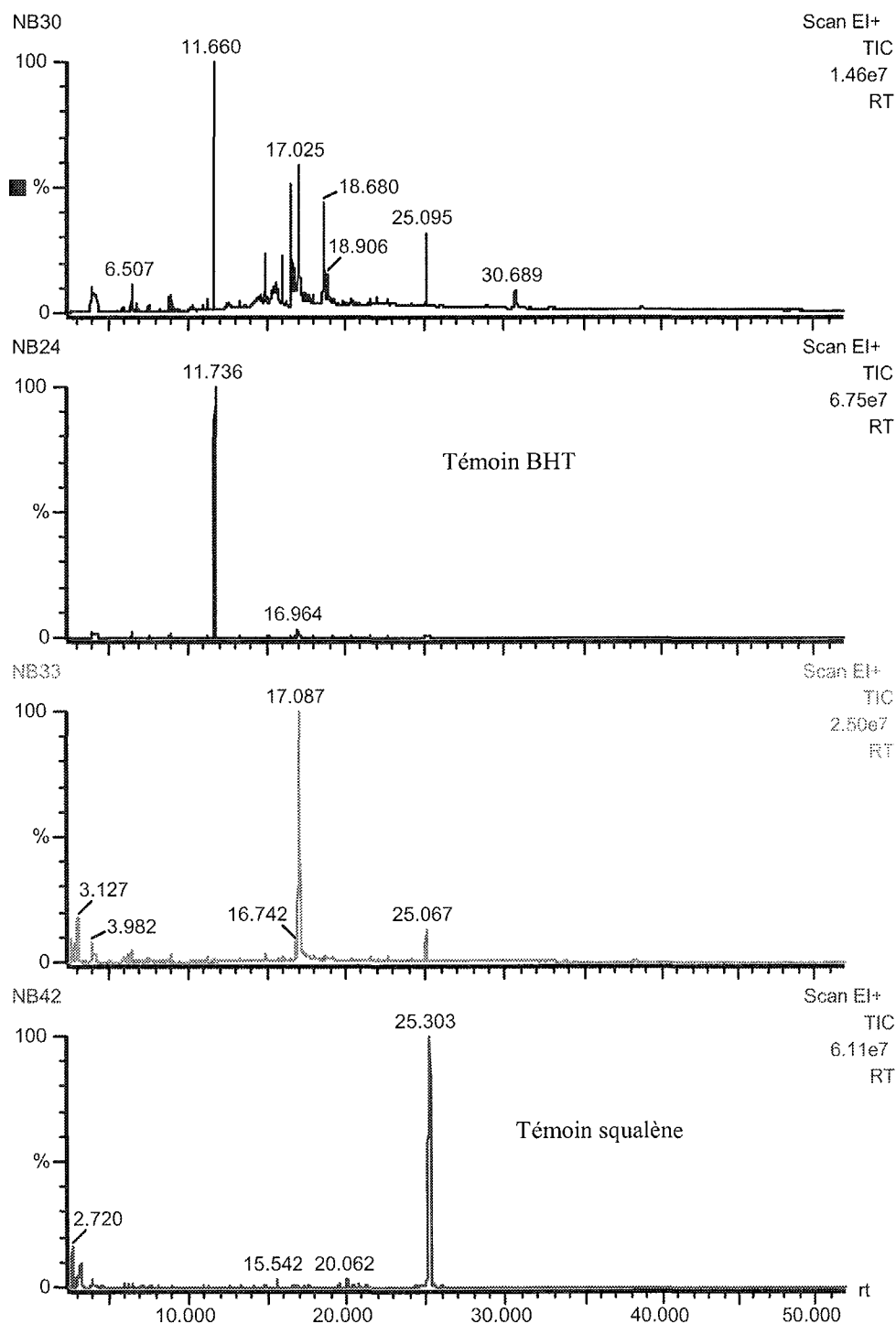


Figure 39. Comparaison des chromatogrammes des substances supposées présentes dans les extraits de *Burkea africana*

Les temps de rétention obtenus confirme la présence des produits supposés suite à la comparaison des spectres de masse. Le même type d'analyses réalisées sur les autres produits du mélange semble indiquer principalement la présence d'acides gras ou de dérivés d'acides gras qui confirmerait les résultats obtenus par infrarouge sur la présence de cires et de

graisses. Les composés phénoliques observés en infrarouge sont difficilement détectables du fait de leur incompatibilité avec ce type d'analyse due à leur point d'ébullition trop élevé, ce qui expliquerait le peu de différence observé entre les chromatogrammes. Il est donc important de garder en mémoire que cette technique d'analyse par GC-MS n'est pas représentative de l'ensemble du mélange, mais uniquement de la partie volatile.

Pour vérifier la présence du BHT, nous avons réalisé un spectre de RMN du produit pour vérifier si les signaux caractéristiques de ce dernier était présent dans le spectre de RMN de l'extrait (figure 40).

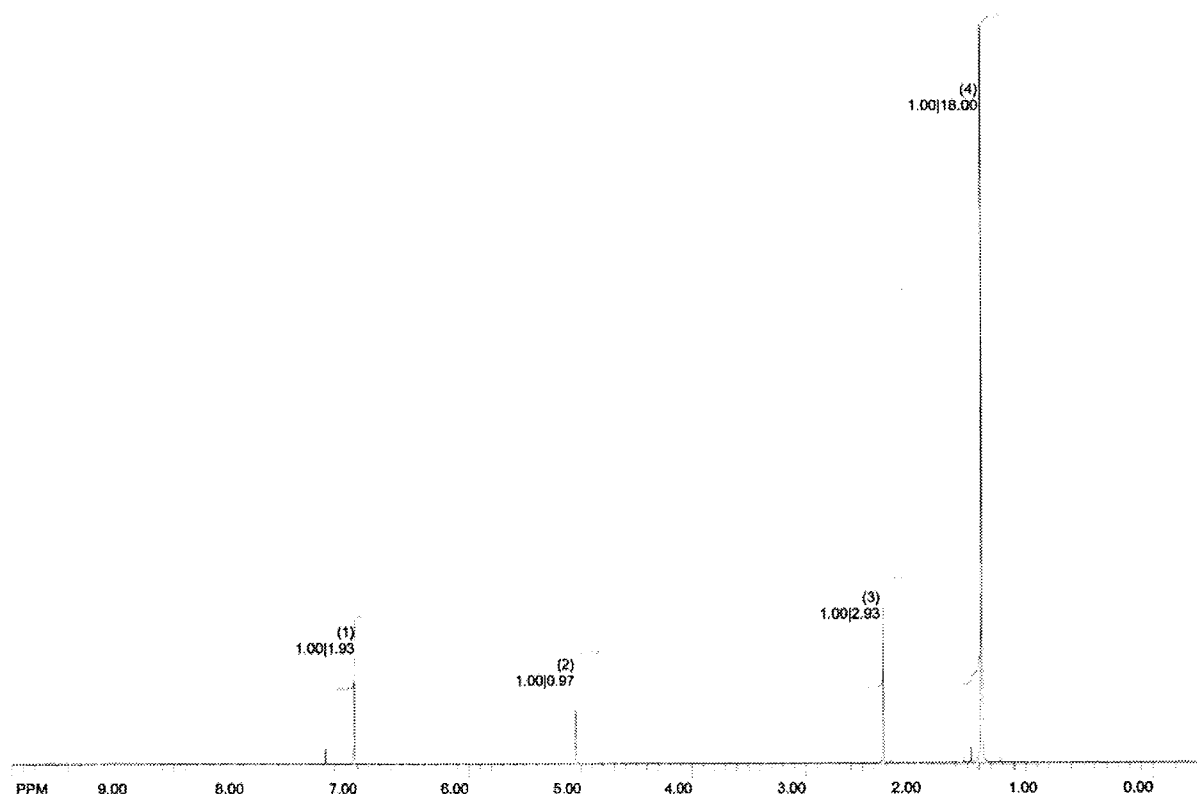


Figure 40. Spectre proton du BHT

Les signaux caractéristiques du BHT sortant à 1,48 ppm (CH₃ du tert-butyl), 2,32 ppm (CH₃ benzylique), 5,05 ppm (OH phénolique) et 7,02 ppm (H aromatiques) ne sont pas présents dans les spectres des extraits (cf. figures 28, 28 et 30), ce qui pourrait indiquer que ce dernier est un produit de décomposition obtenu lors de l'injection en chromatographie gazeuse.

La figure 41 rapporte les analyses chromatographiques des différents extraits de *Prosopis africana*.

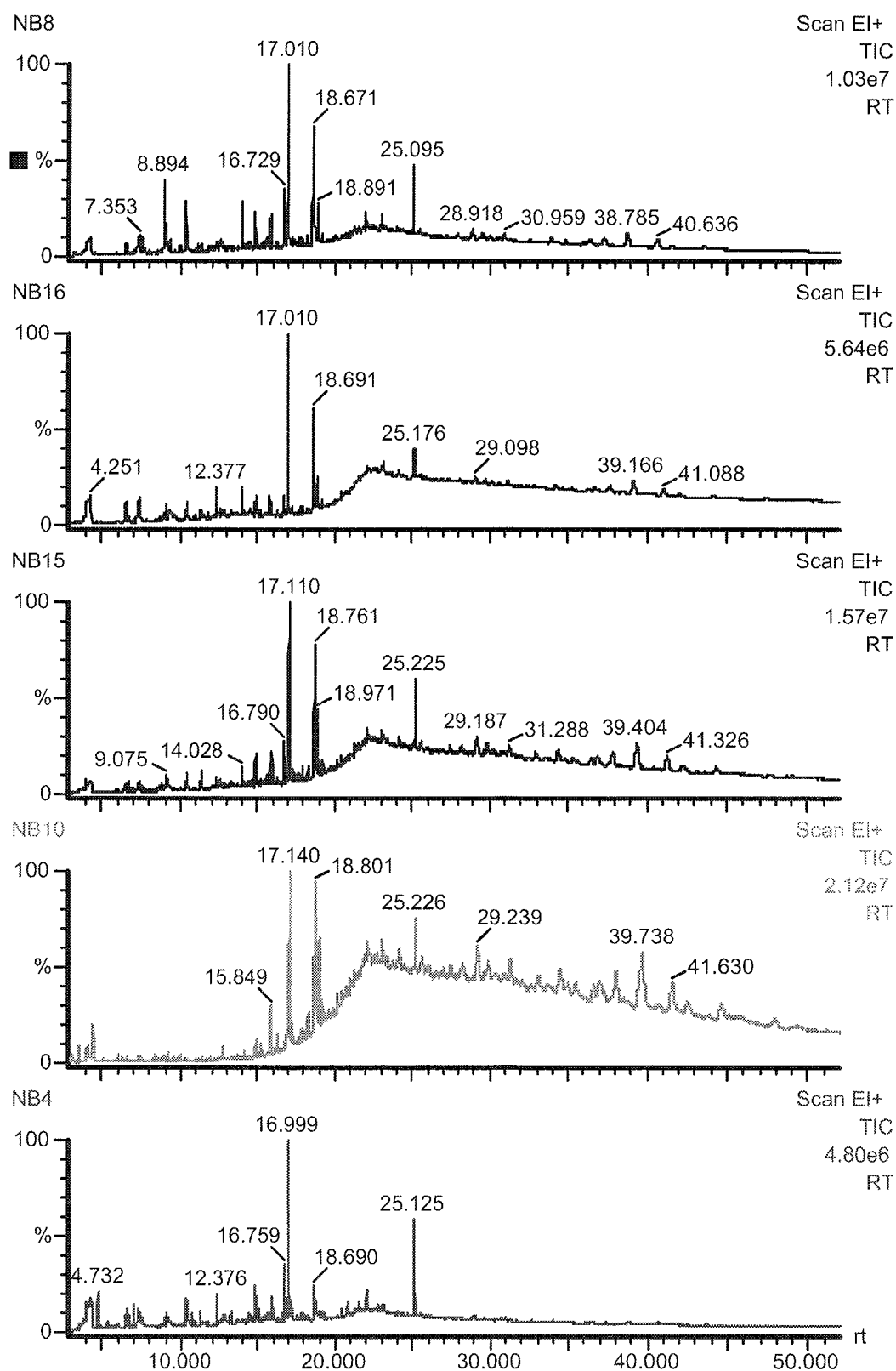


Figure 41. Analyses chromatographiques des différents extraits de *Prosopis africana*

Comme pour les extraits de *Burkea africana*, les extraits de *Prosopis africana* présentent pratiquement les mêmes produits quelle que soit la nature du solvant d'extraction utilisé renforçant nos propos tenus précédemment sur l'analyse partielle des constituants du mélange. Les différentes recherches effectuées sur les principaux pics du mélange sortant pour des temps de rétention de 17, 18,7 et 25 minutes sont rapportées dans les figures 42, 43 et 44.

Reverse fit factor [REV]: 754

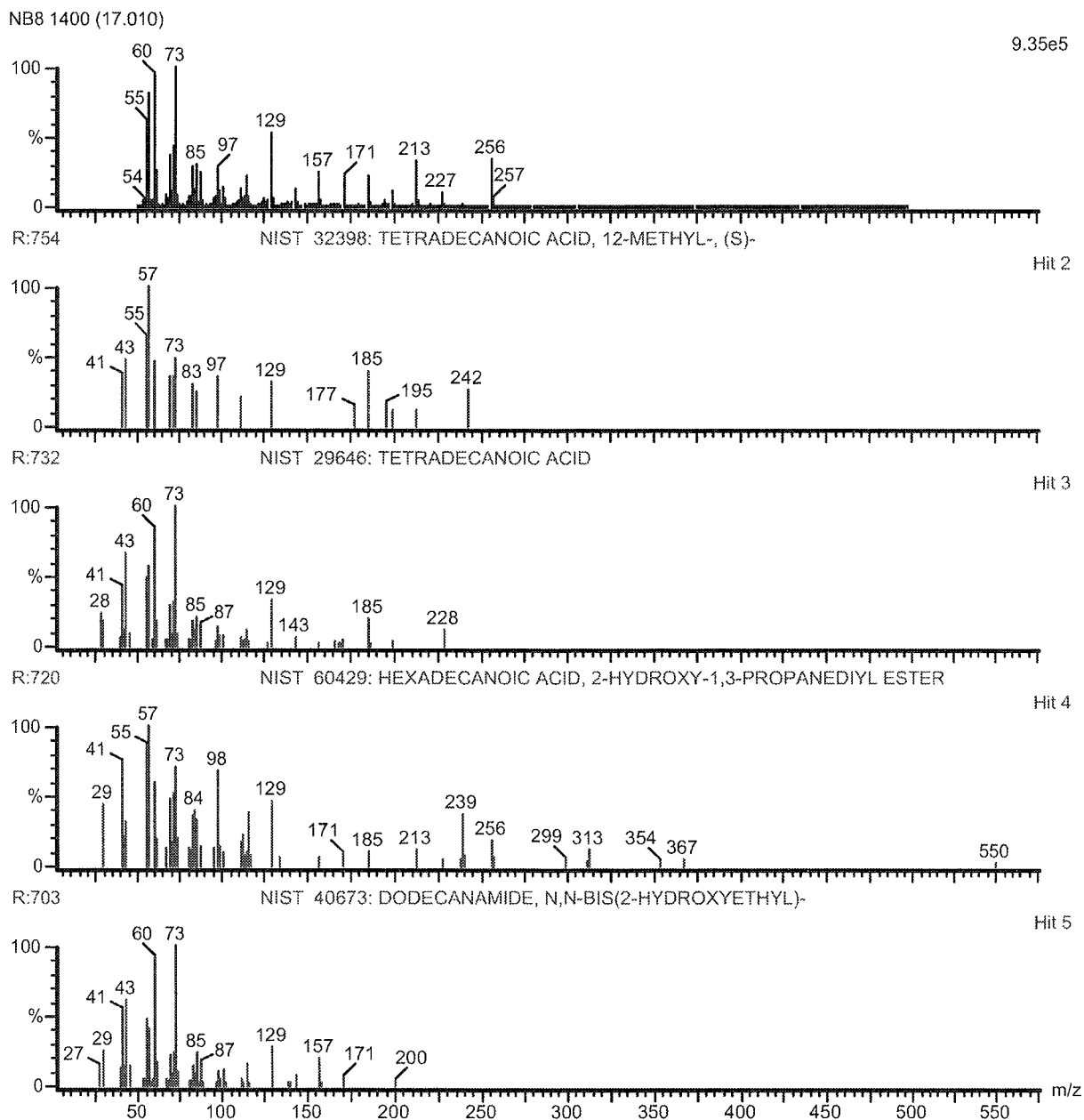
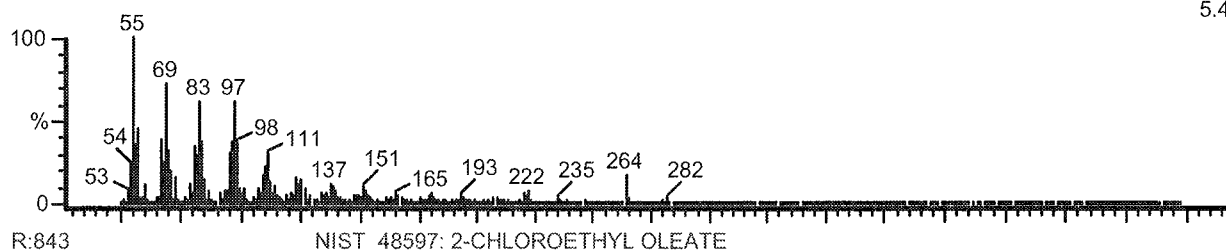


Figure 42. Identification du produit sortant à 17,01 minutes

Reverse fit factor [REV]: 843

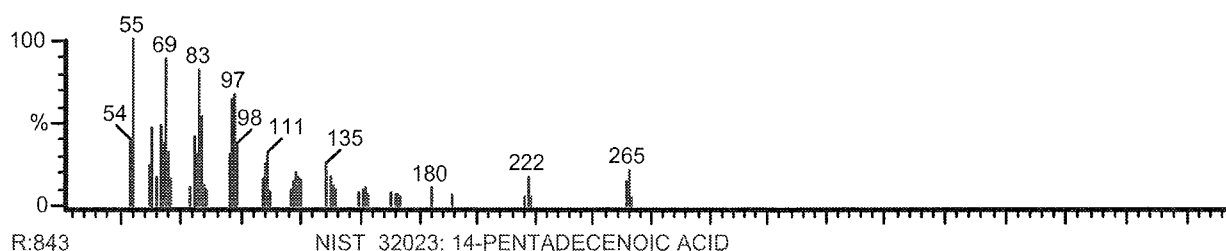
NB8 1566 (18.671)

5.44e5



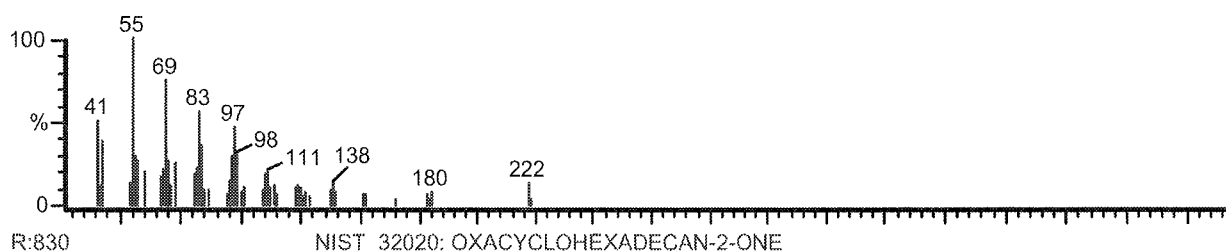
NIST 48597: 2-CHLOROETHYL OLEATE

Hit 1



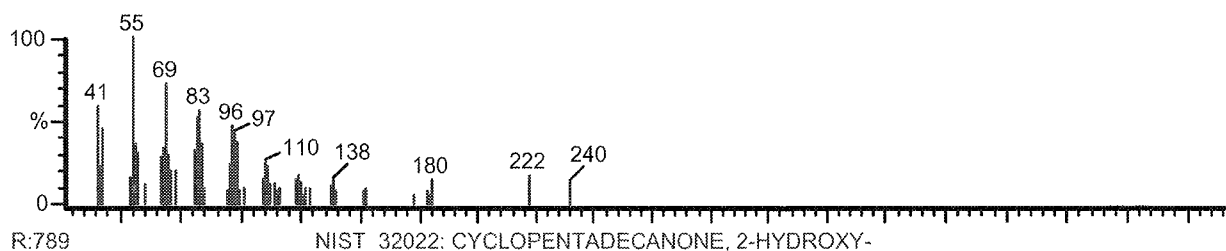
NIST 32023: 14-PENTADECENOIC ACID

Hit 2



NIST 32020: OXACYCLOHEXADECAN-2-ONE

Hit 3



NIST 32022: CYCLOPENTADECANONE, 2-HYDROXY-

Hit 4

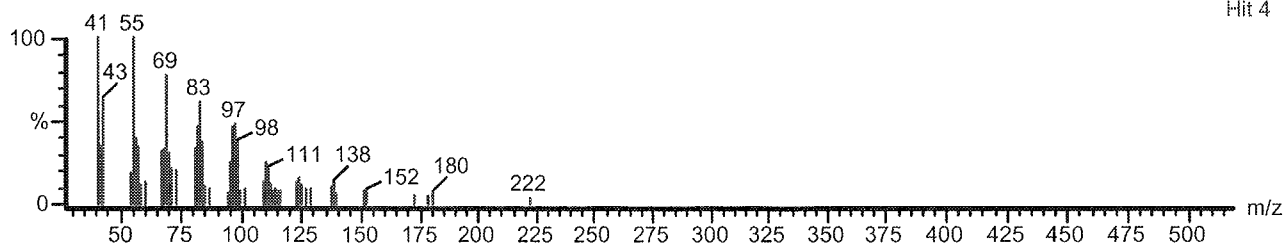


Figure 43. Identification du produit sortant à 18,67 minutes

Reverse fit factor [REV]: 919

NB8 2208 (25.095)

9.02e5

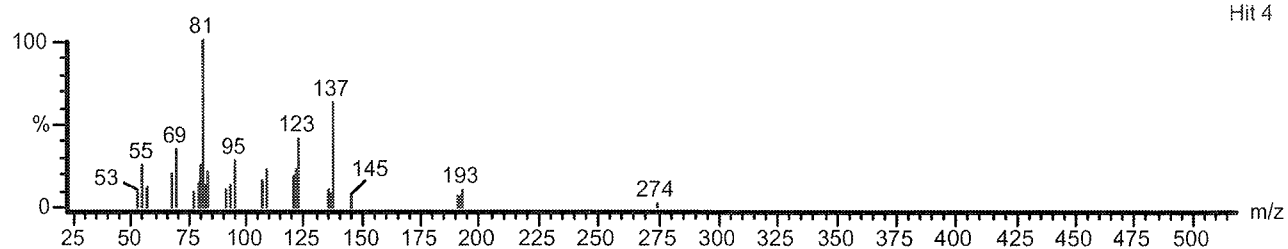
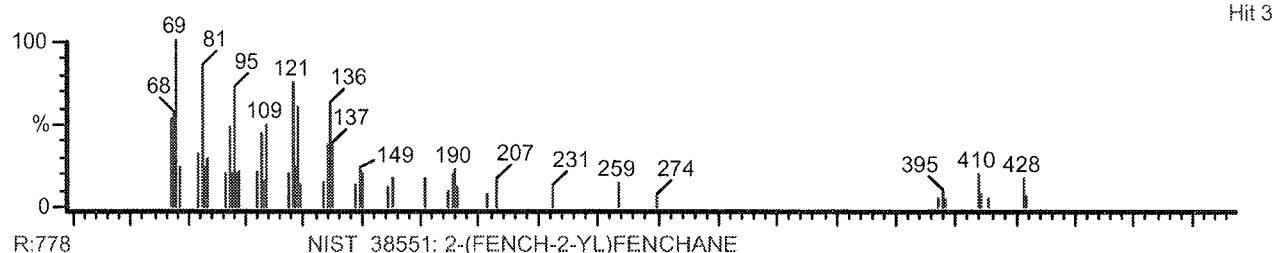
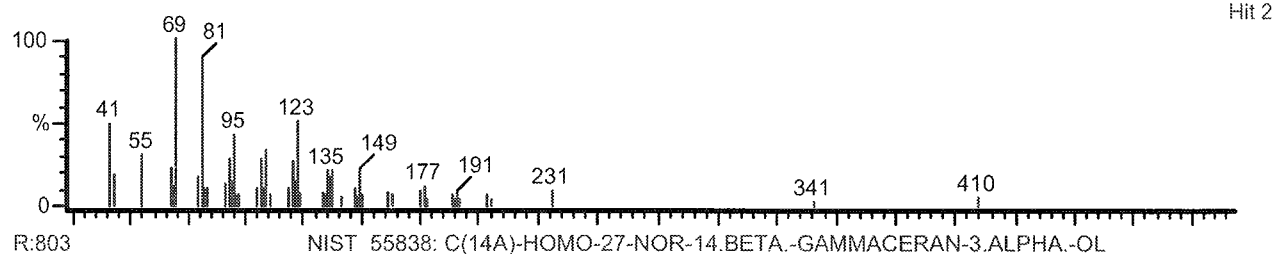
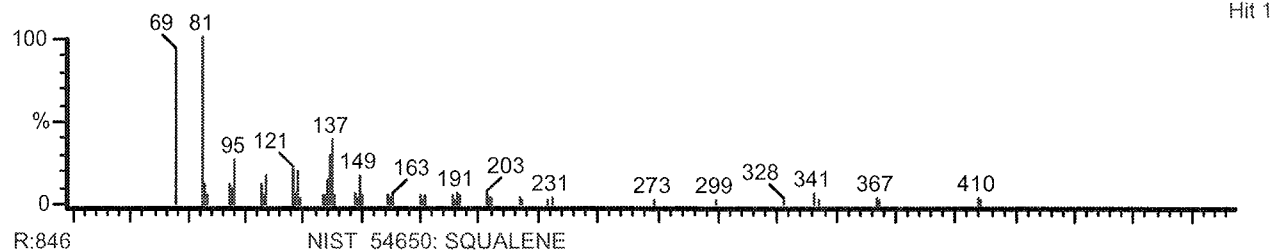
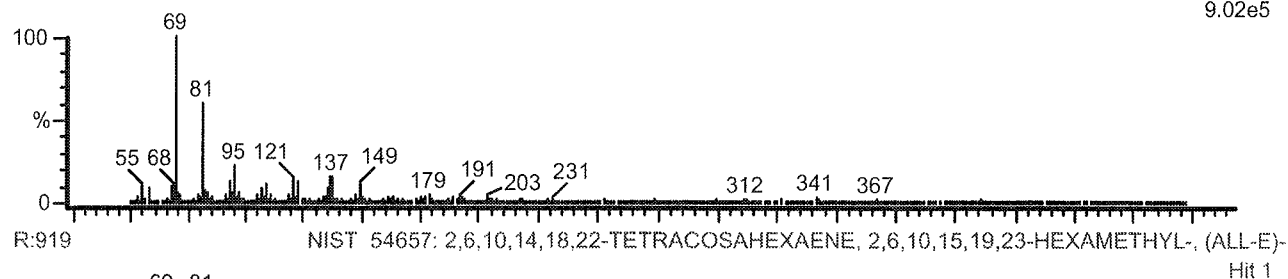


Figure 44. Identification du produit sortant à 25,09 minutes

L'analyse des différents spectres de masse conduit aux mêmes conclusions que pour le *Burkea* indiquant la présence de matières hydrophobes de types cires, graisses et squalène.

e) Analyses chromatographiques en phase liquide couplées à la spectrométrie de masse

Les résultats que nous rapportons ci dessous ont été obtenus avec l'aide d'un étudiant de DEA dont une partie du travail a porté sur l'analyse en phase liquide des extraits aqueux de *Burkea africana* (Nachirou Ngossi, 2002).

La séparation a été réalisée sur une colonne Lichrospher RP-18 avec un débit de 1 ml/minute et une détection UV réglée à 254 nm en utilisant le gradient d'élution décrit dans le tableau 20.

Tableau 20. Gradient d'élution utilisé pour la CLHP-MS

Temps	Méthanol (%)	Eau/TFA (0,1 %) (%)
0	0	100
16	1	99
18	5	95
32	9	91
56	17	83
58	30	70
86	100	0
100	0	100

Le chromatogramme obtenu est rapporté dans la figure 45.

UNIVERSITÉ DE LORRAINE
BIBLIOTHÈQUE DES SCIENCES
Rue du Jardin Botanique - BP 11
54601 VILLERS-LES-NANCY Cédex

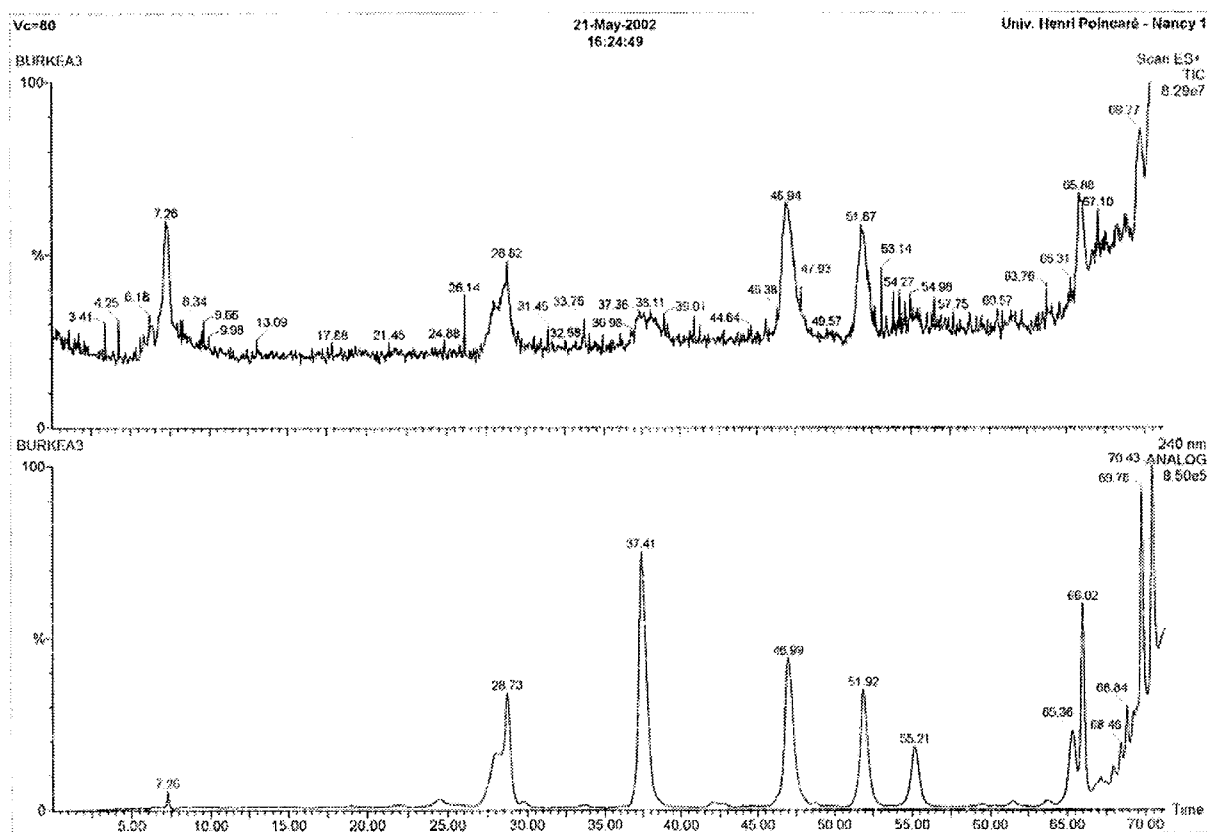


Figure 45. Chromatogramme CLHP de l'extrait aqueux de *Burkea africana*

La séparation chromatographique montre la présence de différents produits présentant une bonne séparation pour des temps de rétention plus ou moins importants. Ces produits ne présentent pas tous la même sensibilité selon le mode de détection utilisé, qui est soit une détection UV (chromatogramme du bas), soit une détection de masse (TIC : Total Ion Current). Seuls les produits bien ionisés par electrospray ont permis d'obtenir un spectre de masse exploitable. Ces différents spectres sont rapportés dans les figures 46, 47, 48 et 49.

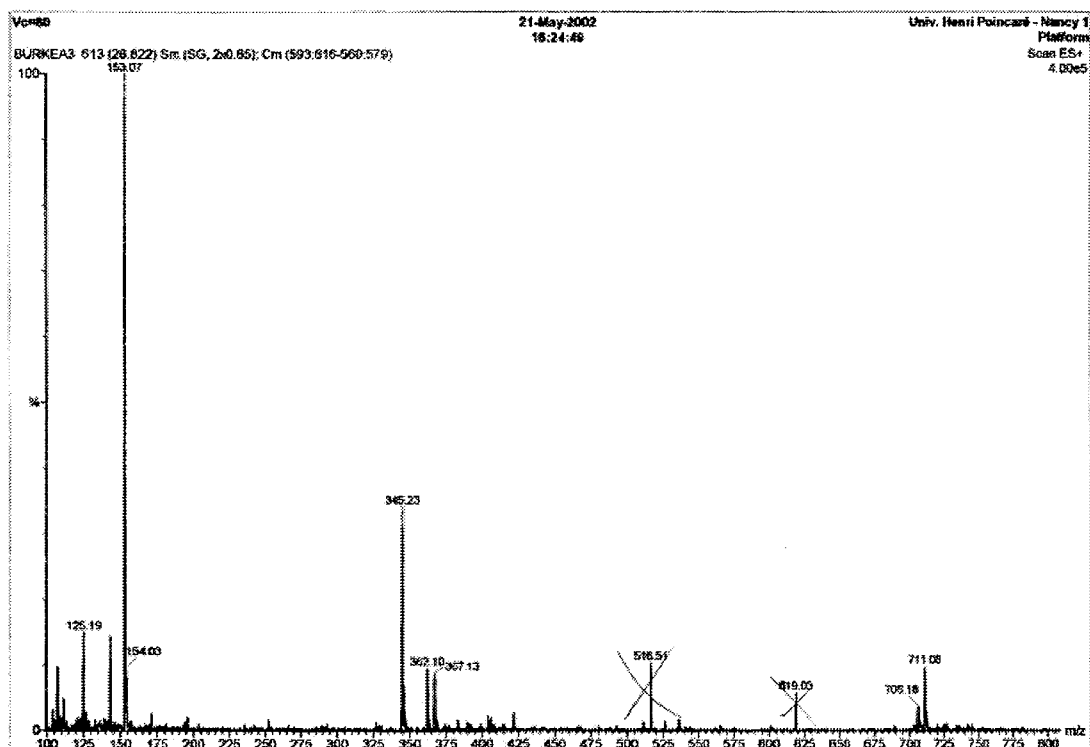


Figure 46. Spectre de masse du produit sortant à 28 minutes

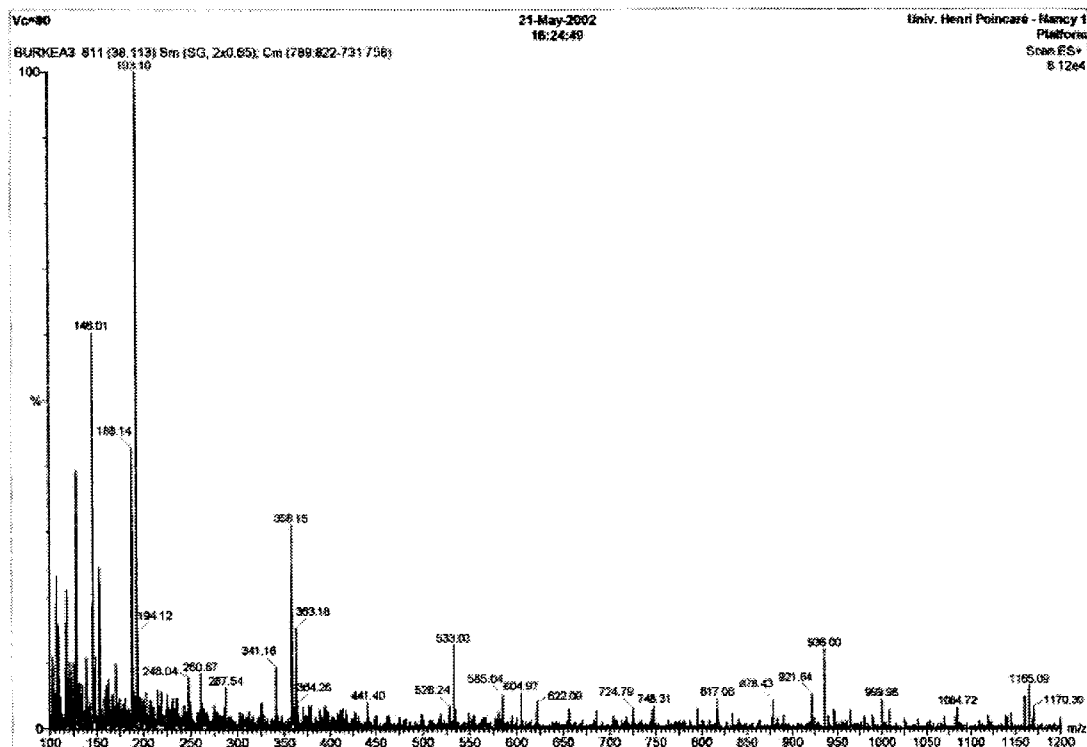


Figure 47. Spectre de masse du produit sortant à 38 minutes

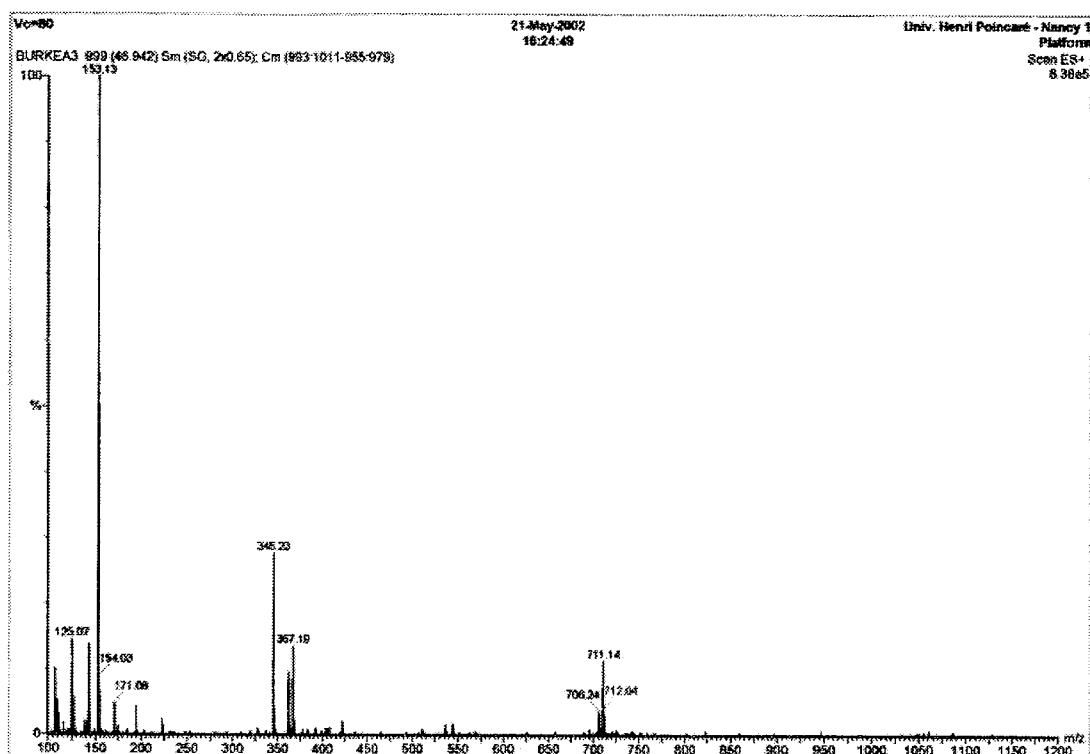


Figure 48. Spectre de masse du produit sortant à 47 minutes

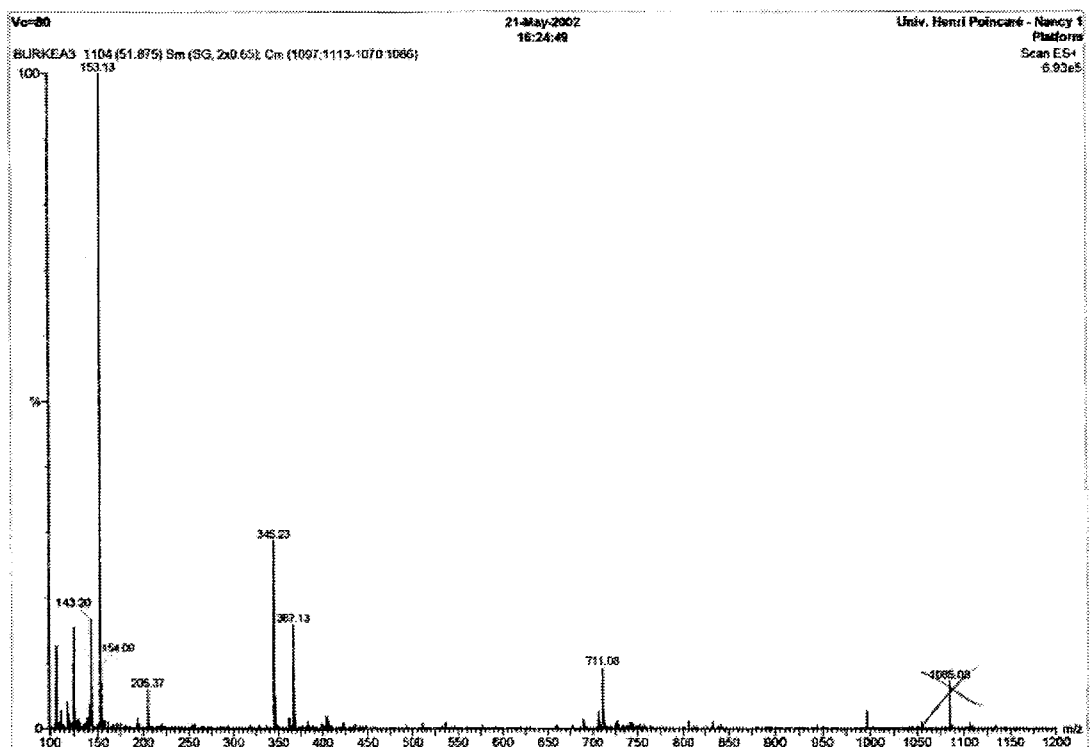


Figure 49. Spectre de masse du produit sortant à 52 minutes

Au vu des différents spectres obtenus on ne peut pas tirer une conclusion quant à la structure exacte des produits. Néanmoins, les produits sortant à 28, 47 et 52 minutes pourraient avoir des structures assez voisines comme le montrent les pics à 153, 345, 367 et 711 retrouvés indifféremment dans les trois spectres. Le produit à 38 minutes présente une structure assez différente des trois précédents avec des pics à 146, 188, 193, 358, 363, 533 et 936.

CONCLUSION GENERALE

Une partie des objectifs que nous nous étions fixés a été atteinte. En effet, dans un premier temps, nous avons montré, en nous appuyant sur une étude bibliographique ainsi que sur différents essais de laboratoire, qu'il était possible de remplacer bon nombre de matériaux d'importation utilisés dans la construction au Burkina Faso, tels que le bois ou les panneaux de contre-plaqué par des panneaux à base de bagasse. Elaborés à partir de déchets industriels, ces panneaux présentent l'avantage d'être peu coûteux et surtout d'utiliser des matières premières locales favorisant le développement du pays. Un point important pour la poursuite de ce projet reste toutefois à développer et consiste à produire et mettre en œuvre ce type de matériaux au Burkina Faso.

La deuxième partie de notre travail, qui consistait à rechercher de nouveaux produits de préservation du bois basés sur l'extraction et la caractérisation des substances extractives à partir d'essences naturellement durables du Burkina Faso, a conduit à des résultats préliminaires encourageants qu'il conviendra de confirmer par des études complémentaires. Notre choix initial, qui s'était porté sur l'étude de trois essences différentes, s'est en effet montré trop large pour permettre une étude approfondie dans le temps qui nous était imparti. On peut toutefois d'ores et déjà tirer les conclusions suivantes :

- Les trois essences étudiées présentent une forte durabilité vis à vis des attaques fongiques ainsi que des termites.
- La résistance aux pourritures est due en partie à la présence de substances extractibles mais aussi au caractère très hydrophobe des bois étudiés.
- Les essences étudiées présentent toutes une forte stabilité dimensionnelle ainsi qu'une faible mouillabilité liée de façon plus ou moins directe à la présence d'extractibles.
- Les matières extractibles peuvent présenter des propriétés très variées : certaines présentent des propriétés fongicides et insecticides, d'autres des propriétés hydrophobantes.
- Les substances responsables du caractère hydrophobe des bois appartiennent aux familles des cires, des graisses et des polyisoprénoides.
- Dans tous les cas, les propriétés exceptionnelles des essences étudiées sont très probablement dues à des synergies entre différents produits.

Pour l'avenir, il serait intéressant d'utiliser d'autres techniques de séparation, notamment la chromatographie liquide haute pression, qui serait plus appropriée pour la purification et l'identification des produits fortement polaires présents dans les différents extraits. Il semble également intéressant de poursuivre ce type de recherches sur d'autres essences africaines, l'objectif étant toujours de mieux comprendre les phénomènes intervenant dans la durabilité naturelle et d'identifier de nouveaux biocides utilisables pour la préservation du bois, moyennant la mise au point de synthèses chimiques adaptées et économiquement viables.

BIBLIOGRAPHIE

Adamson A.W. (1982)

Physical chemistry of surfaces.
Wiley-Interscience, New York.

Adaskaveg J.E. (1992)

Defense mechanism in leaves and fruits of trees to fungal infection.
Dans : Defense mechanisms of woody plants against fungi. Ed. Blanchette and Biggs,
Springer Verlag. Berlin, 207-245.

Ahmad Fuad M.Y., Jamaludin M., Mansor M.S., Mohd Ishak Z.A., Mohd Omar A.K. (1995)

Thermal properties of polypropylene/rice husk ash composites
Polymer International, **38**, 33-43.

Ahmad Fuad M.Y., Zaini M.J., Jamaludin M., Mohd Ishak Z.A. (1994)

Determination of filler content in rice husk ash and wood-based composites by thermogravimetric analysis.
Journal of Applied Polymer Science, **51**, 1875-1882.

Ajiwe V.I.E., Okeke C.A., Ekwuozor S.C., Uba I.C. (1998)

A pilot plant for production of ceiling boards from rice husks.
Bioresources Technology, **66**, 41-43.

Aly H.M., Daifullah A.A.M. (1998)

Potential use of bagasse pith for the treatment of wastewater containing metals.
Adsorption Science and Technology, **16** (1) 33-38.

Amin M.B., Maadhah A.G., Usmani, A.M. (1985)

Chemistry and application of bagasse.
Polymeric materials Science Engineering, **52**, 44-48.

Anderson A.B., Scheffer T.C. and Duncan C.G. (1963)

The chemistry of decay resistance and its decrease with heartwood aging in increase cedar.
Holzforschung, **17**, 1-5.

Anderson A.B. and Sherrard E.C. (1993)

Dehydroperillic acid, an acid from Western Red Cedar (*Thuja okucata* Don).
J. Amer. Chem. Soc., **55**, 3813-3819.

Aubreville A. (1950)

Flore forestière soudano-guinéenne.
Office de la Recherche Scientifique Outre-Mer.

Aune P., Sack R.L. and Selberg A. (1983)

The stave churches of Norway.
Sci. Am., **249** (2), 96-105.

- Beacker A.A., Schnippenkoetter W.H., Shelver G.D., Scherer U.L. (1991)**
The antimicrobial effect of tannins in wood and their lack of effect on CCA efficacy.
Material und Organismen, 26 (4), 269-285.
- Bender H.L. (1953)**
Mod. Plast. , 30, 136
- Bhatnagar S.K. (1994)**
Fire and rice husk particleboard.
Fire and Materials, 18, 51-55.
- Blair A., Stewart P., O'Berg M., Gaffery W., Walrat J., Ward J., Bales R., Kaplan S. and Cubit D. (1982)**
Mortality Among Industrial Workers Exposed to formaldehyde.
J. Nat. Cancer Inst., 76, 1071-1084.
- Boreiko C.,J., Couch D. B., and Swenberg J.A (1982)**
Mutagenic and Carcinogenic effects of formaldehyde.
Environ. Sci. Res., 25, 353-367.
- Csapo E., Jacquot F., Lanchon-Ducauquis H. (1999)**
Lois non classiques d'hystérésis pour l'étalement d'une goutte axisymétrique.
14^e Congrès Français de Mécanique, Toulouse.
- Celimène C.C., Micales J.A. Ferge L. and Young R. (1999)**
Efficacy of pinosylvin against white-rot and brown-rot fungi.
Holzforschung, 53 (5), 491–497.
- Chang S.T., Wang S.Y., Su Y.C. and Kuo Y.H. (1999)**
Antifungal compounds in the ethylacetate soluble fraction of the extractives of *Taiwania* (Taiwania cryptomerioides Hayata) heartwood.
Holzforschung, 53 (5), 487-490.
- Chu S. (1996)**
Utilisation d'extractibles de cônes de pin comme biocides naturels dans la préservation du bois. DEA Sciences du bois, Université Henri Poincaré, Nancy.
- Deon G., Chadenson M., Hauteville M. (1980)**
Influence des extraits de bois sur sa résistance à la pourriture.
Revue Bois et Forêts des Tropiques, n° 191.
- Dirol D. (2001)**
Durabilité des bois et problèmes associés.
Série Matériaux de construction, pp. 1991-228, Hermès Sciences Publication.
- Du D., Rossouw T., Pizzi A. and Mc Guillivray G. (1980)**
The kinetics of phenolic polyflavonoids tannin with aldehydes.
J. Polymer Sci., Chemistry Edition 18 (12), 3323.

Eaton R.A., Hale M.D.C. (1993)

Wood : decay, pests and protection.
Chapman & Hall, London.

Eberhardt T.L., Han J.S., Micales J.A., Young R.A. (1994)

Decay resistance in conifer seed cones : role of resin acids as inhibitor of decomposition by white-rot fungi.
Holzforschung, 48, 278-284.

Edlin H.L. (1963)

A modern sylva or a discourse of frest trees. 7-Cedars (*Cedrus* species).
Quart. J. For., 57, 302-310.

Edou Engonga P. (2001)

Greffage de chaînes hydrocarbonées et perfluorées sur le bois et étude des propriétés conférées aux nouveaux matériaux. Thèse de doctorat de l'Université Henri Poincaré Nancy 1. 115 p

Elbez C., Bentz D. (1991)

Le collage du bois.
CTBA, Paris

ETB (1980)

Richtlinie über die verwendung von spanplatten hinsichtlich der vermeidung unzumutbarer Formaldehydkonzentrationen in der Raunluft-Faseung.
April 1980. Hetrausgegeben vom Ausschuss für Einheitliche Technische Baubestimmung (ETB). Berlin, Benth Verlag.

Evans P.D., Creffield J.W., Conroy J.S.G. and Barry S.C. (1977)

Natural durability and physical properties of particleboard composed of white cypress pine and radiata pine.
Forest Product Journal, 47 (6), 87-94.

Extrand C., Kumagai K.J. (1995)

Colloid and Interfacial Science, 170, 515-521.

Flodin K. and Fries N. (1978)

Studies on volatile compound from *Pinus sylvestris* and their effect on wood-decomposing fungi. II : Effects of some volatile compounds on fungal growth.
Eur. J. For. Pathol., 8, 300-310.

Fouquet D. et Clement J.L. (1999)

Protection de l'habitat contre les termites à l'aide de matières actives non polluantes.
Séminaire « Bois et Environnement », Novembre 1999, Bordeaux.

Fries N. (1973)

The growth-promoting activity of terpenoids on wood-decomposing fungi.
Eur. J. For. Pathol., 3, 169-180.

Garcia R., Pizzi A. (1997)

Proceedings of the 18th annual symposium, October 29-30, The Research Group on Wood Adhesion.

Japan Wood Research Society, Tokyo, 19-29.

Garcia R., Pizzi A. (1998)

Crosslinked and entanglement networks in thermomechanical analysis of polycondensation resins.

J. Appl. Polym. Sci., **70**, 1111-1118.

Gardner J.A.F. (1962)

The tropolones.

Dans : Wood Extractives. Hillis W.E. (Ed) Academic Press New York. 317-330.

Grace J.K. (1996)

Susceptibility of compressed fiber to termite attack.

Forest Products Journal, **46** (9), 76-78.

Hafizoglu H. and Holmbom B. (1987)

Studies on the Chemistry of Cedrus libani A. Rich – III. Oleoresin composition of cones and bark from Cedrus libani.

Holzforschung, **41** (3), 141-145.

Harun, J and Labosky, P Jr.

Antitermitic and antifungal properties of selected bark extractives. Wood and Fiber Science (1985), 17(3), 327-35.

Hart J.H. (1982)

Variation inherent decay resistance of black walnut.

US For. Serv. Tech Rep. N. C., 74.

Hart J.H. and Hillis W.E. (1974)

Inhibition of wood-root fungi by stibenes and other polyphenols in Eucalyptus sideroxylon.

Phytopathology, **64**, 939-948.

Hawley L.F., Fleck L.C. and Richards C.A. (1924)

The relation between durability and chemical composition in wood.

Ind. Eng. Chem., 16, 699-700.

Ito Y., Hayashi Y. and Kato A. (1995)

Antifungal compounds from trees of genus Diospyros with complete assignment of nuclear magnetic resonance data.

Mokuzai Gakkaischi, **41** (7), 694-698.

Kamoun C., Pizzi A., Garcia R. (1998)

The effect of humidity on crosslinked and entanglement networking of formaldehyde based wood adhesives.

Holz als Roh und Werkstoff, **56** (4), 243-253.

Keyes C.R. (1969)

Effect of pinene on mycelial growth of representative wood-inhitting fungi.
Phytopathology, **59**, 400.

Ku H., Siriwardane R.J. (1985)

Colloid and Interfacial Science, **106**, 377.

Laks P. E. and Mckaig P. A. (1988)

Flavonoid Biocides : Wood Preservatives Based on Condensed Tannins.
Holzforschung, **42**, 299-306.

Leyva A., Dimmel D.R. and Pullman G.S. (1998)

Teak extract as catalyst for the pulping of loblolly pine.
Tappi Journal, **81** (5), 237-240.

Liptakova E., Kudela J. (1994)

Analysis of the wood wetting process.
Holzforschung, **48**, 139-144/21.

Lucas A. (1962)

Ancient Egyptian Materials and Industries.
Ed. Arnolds, Harris J.R. London, 323-324.

Lyr H. (1961)

Hemmungsanalytische Untersuchungen an einigen Enzymen Holzzerstörender Pilze.
Enzymologia, **23**, 231-248.

Mc Daniel C.A. and Dunn B.S. (1997)

Can wood extractives be used as wood protectants ?
Material und Organismen, **40**, 61-63.

Malek H. (1991)

Essais de modification de la structure chimique de matériaux lignocellulosiques naturels.
Etude des interactions sels d'ammonium-bois.
Thèse de Doctorat de l'Université de Nancy I.

Mansaray K.G., Ghaly A.E. (1997)

Physical and thermochemical properties of rice husk.
Energy Sources, **19**, 989-1004.

Marutzky R. and Rofael E. (1980)

Über die Abspaltung von Formaldehyd bei der thermischen Behandlung von Holzspänen.
Holzforschung, **31**, 8-12.

Maruyama T. (1995)

Briquette and international cooperation.
Nihon Energy Gakkaishi, **74** (2), 77-83.

Meikleham N., Pizzi A. and Stephanou A. (1994)

Induced accelerated autocondensation of polyflavonoid tannins for phenolic polycoudensates.
Part I : ^{13}C NMR, ^{24}SI NMR, X – Ray and polarimetry studies and mechanism.
J. Apl. Polymer Sci., **54**, 1827-1845.

Merril W. (1992)

Mechanism of resistance to fungi in woody plants : a historical perspective.
Dans : *Defense mechanisms of woody plants against fungi*.
Eds Plenum Press, G.C. Lewellyn and C.E. O'Rear, New York.

Meyer B., Andrew B.A.K. and Reinhard R.M. (1986)

Formaldehyde release from wood products.
ACS Symposium Series n° 316. Washington, DC American Chemical Society.

Micales J.A., Hans J.S., David K.L. and Yong R.A. (1994)

Fungitoxic activities of some pine cone extractives.
Dans : Biotoxin, biodegradation and biodeterioration research. Ed. Plenum Press, G.C. Lewellyn and C.E. O'Rear, New York.

Mitsunaga, T., Abe I., Kontani M., Ono H., Tanaka T. (1997)

Inhibitory effects of bark pronanthocyanidins on the activities of glucosyltransferases of *Streptococcus sobrinus*.
Journal of Wood Chemistry and Technology, 17 (3), 327-340.

Moret D. (1997)

Utilisation de biomolécules d'origine végétale à activité biocide élevée comme agents de substitution des produits chimiques toxiques de préservation du bois.
DEA Sciences du bois, Université Henri Poincaré, Nancy.

Mori M., Aoyama M., Hokkaido S. (1997)

Antifungal constituents in the bark of *Magnolia obovata*.
Holz als Roh und Werkstoff, **55** (4), 275-278.

Murakana T., Kurose K., Itoh K., Tachibana S. (1999)

Utilization of extractives from Genus *Taxus* trees I. Antifungal activities of flavonoids, taxinine, and its derivatives against *Cochliobolus miyabeanus* and *Altenaria kikuchiana*.
Mokuzai Gakkaischi, 45 (1), 42-50.

Nachirou Ngossi M.B (2002)

Etude des propriétés antioxydantes et antifongiques d'extraits d'origine végétale. DEA Sciences du bois. Université Henri Poincaré Nancy1.

Ohara S., Suzuki K. and Ohira T. (1994)

Condensed tannins from *Acacia mearnsii* and their biological activities.
Mokuzai Gakkaischi, **40** (12), 1363-1374.

Ohira T., Teranchi F. and Yatagai M. (1996)

Tropolones extracted from the wood of Western Red Cedar by supercritical carbon dioxide.
Holzforschung, **48**, 308-312.

Pétrissans M. (1996)

Etude de la Mouillabilité dans les contacteurs liquide-liquide.
Thèse de Doctorat d'Etat, INP de Toulouse.

Pizzi A. (1978)

Wattle based adhesives for exterior particleboard.
Forest Products Journal, **28** (12), 42-47.

Pizzi A. (1979)

The chemistry and development of tannin-urea-formaldehyde condensates for exterior wood adhesives.
J. Apl. Ppolymer Sci., **23**, 2777.

Pizzi A. (1983)

Tannin based wood adhesives.
In Wood adhesives, Chemistry and technology, Vol 1 (Ed).

Pizzi A. (1994)

Advanced wood adhesives technology.
Dekker, New York

Pizzi A., Conradie W.E., Bariska M. (1986a)

Polyflavonoid tannins. From a cause of CCA soft-rot failure to the missing link between lignin and microdistribution theories.
The International Research Group on Wood Preservation, Stockholm, Suède, Doc IRG/WP 3359.

Pizzi A., Conradie W.E., Jansen A. (1986b)

Polyflavonoid tannins. A main cause of soft-rot failure in CCA treated timber.
Wood Science and Technology, **20**, 71-81.

Pizzi A., Lipschitz L., Valenzuela J. (1994)

Theory and practice of the preparation of low formaldehyde emission UF adhesives.
Holzforschung, **48**, 254.

Pizzi A., Meikleham N., Dombo B., Roll W., (1995)

Autocondensation based zero emission, tannin adhesives for particleboard.
Holz als Roh und Werkstoff, **53** (3), 201-204.

Pizzi A. and Stephanou A. (1993)

Comparative and differential behaviour of pine vs pecan nut tannin adhesives for particleboard.
Holzforschung und Holzverwertung, **45**(2), 30-33.

Pizzi A., Stephanou A.J. (1994a)

Comparison of alkaline cure acceleration of phenol-formaldehyde resins acceleration by organic anhydride.
Apl. Polymer Sciences, **51**, 1351.

Pizzi A. and Stephanou A. (1994b)

Fast vs slow reaching non modified tannins extracts for exterior particleboard adhesives.
Holz als Roh und Werkstoff, **52**, 218-222.

Pizzi A. and Tekely P. (1996)

Hardening mechanism by hexaméthylentetramine of fast reacting phenolic wood adhesives
ACP-MAS ¹³C NMR study.
Holzforforschung, **50** (3), 277-281.

Pizzi A., Valenzuela J., Westermeyer C. (1994)

Low formaldehyde emissionfast pressing, pine and pecan tannin adhesives for exterior particleboard.
Holz als Roh und Werkstoff, **52** :311-315.

Pizzi A., Von Leyser E.P., Valenzuela J. and Clark J.G. (1993)

The chemistry and development of pine tannin adhesives for exterior Particleboard.
Holzforschung, **47**, 168-174.

Pruvost A.M. (2001)

Durabilité des bois et problèmes associés.
Série Matériaux de construction, pp. 105-189, Hermès Sciences Publication.

Putman L.J., Laks P.E., Pruner M.S. (1989)

Chemical constituents of black locust bark and their biocidal activity.
Holzforschung, **43** (4), 219-224.

Rennerfelt E. (1998)

Investigations of thujaplicin, a fungidical substance in the hearthwood of Thuja plicata Don.
Physiologia Plantarum, **1**, 245-254.

Reyes-Chilpa R., Gomez-Garibay F., Moreno-Torres G., Jimenez-Estrada M., Quiroz-Vasquez R.I. (1998)

Flavonoids and isoflavonoids with antifungal properties from *Platymiscium yucatanum* heartwood.
Holzforschung, **52** (5), 459-462.

Rofael E. (1982)

Die Formaldehyd abgabe von Spanplatten und anderen Werkstoffen Sttart, DRW-Verlag.

Rossouw D., Pizzi A. and Mc Gillivray (1980)

The kinetics of phenolic polyflavonoïds tannin with aldehydes.
J. Polymer Sci., **18** (12), 3323.

Roboty Onwondault M.O.R. (2002)

Détermination du retrait radial et tangentiel d'un groupe de cellules homogènes par microscopie optique: validation de la méthode sur le chêne et application au *Burkea africana*.
DEA Sciences du bois, Université Henri Poincaré Nancy 1.

Roussel-Bousta C. (2000)

Utilisation de biomolécules à activité biocide élevée comme agents de préservation du bois. Applications à la rosine du tall-oil et aux tropolones naturelles. Thèse de doctorat de l'Université Henri Poincaré Nancy 1.

Rudman P. (1959)

The causes of natural durability in timber. III : Some conspicuous phenolic components in the heartwood of eucalyptus and their relationship to decay resistance.

Holzforschung, **13**, 112-115.

Rudman P. (1962)

The causes of natural durability in timber. VIII : the causes of decay resistance in tallwood, white mahogany and mountain ash.

Holzforschung, **16**, 51-61.

Rudman P. (1963)

The causes of natural durability in timber, XI : Some test on fungi toxicity of wood Extractives and related compounds.

Holzforschung, **17**, 54-57.

Sanderman W. and Simatupang M.H. (1966)

Zur Chemie und Biochemie des Teikholzes (*Tectona grandis*).

Holz al Roh und Werkstoff, **24**, 190-204.

Scalbert A., Cahill D. and Dirol D. (1998)

A Tannin/Copper Preservation treatment for wood.

Holzforschung, **52**, 133-138.

Scheffer T.C. and Cowling E.B. (1966)

Natural resistance of wood to microbial deterioration.

Ann. Rev. Phytopathol., **4**, 147-170.

Schultz T.P., Darrel D.N. and Fisher T.H. (1997)

Quantitative structure- activity relationships of stilbenes and related derivatives against wood-destroying fungi.

Recent. Res. Deel. in Agriculture Food Chem., **1**, 289-299.

Sealy-Fisher V.J. and Pizzi A. (1992)

Increased pine tannins extraction and wood adhesives development by phlobaphenes minimization.

Holz als Roh und Werkstoff, **50**, 212-220.

Shain L. and Hillis W.E. (1971)

Phenolic extractives in Norway spruce and their effect on *Formes annosus*.

Phytopathology, **61**, 841-845.

Shaw N. (1914)

Chinese forest trees and timber supply.

Ed. T. Fischer Unwin, London.

Shukla K.S., Jain V.K., Pant R.C., Kumar S. (1984)

Suitability of lignocellulosic materials for the manufacture of cement bonded wood-wool boards.

Timb. Development Association (India), vol. XXX, n° 3.

Shukla K.S., Prasad J. (1985)

Bulding boards from bagasse : part 1. P-F bonded particle boards.

Timber Development Association (India), vol. XXXI, n° 4.

Singh N.B., Battachajee K.N., Shukla A.K. (1997)

Utilisation rationnelle des cendres de balle de riz dans une mini-cimenterie.

Z.K.G. International, **50** (10), 594-600.

Siopongco J.O., Pulido O.R., Lasmarias V.B., Villanueva E.P., Pablo A.A. (1982)

Composite roofing and panelling materials from wood wastes and agricultural fibrous residues for low-cost housing.

NSTA Technology Journal, 44-67.

Smith A.L., Campbell C.L., Walker D.R and Hanover J.W. (1989a)

Extracts from black locust heartwood as wood preservatives. Extraction and decay resistance from black locust heartwood.

Holzforschung, **43**, 293-296.

Smith A.L., Campbell C.L., Diwakar M.P., Hanover J.W. and Miller R.O. (1989b)

Extracts from black locust heartwood as wood preservatives. A comparison of the methanol extract with pentachlorophenol and chromated cooper arsenate.

Holzforschung, **43**, 421-423.

Southan C.M. and Ehrlich J. (1943)

Effects of extracts of Western Red Cedar heartwood on certain wood-decay fungi in culture.

Phytopathology, **33**, 517-524.

Subramanian R.V. (1984)

Dans : The Chemistry of Solid Wood. *Chemistry of adhesion*, pp. 323-348.

Rowel Ed. -Advances in Chemistry series 207, American Chemical Society, Washington, D.C.

Thévenon M.F. (1999)

Développement de formulations de produits de préservation du bois de faible toxicité et à longue durée d'action.

Thèse Sciences du bois, Université Henri Poincaré Nancy 1.

Thévenon M.F., Roussel C., Haluk J.P. (2001)

Possible durability transfer from durable to non durable wood species. The study case of teak wood.

The International Research Group on Wood Preservation, 32nd Annual Meeting, Nara, Japan.

Thibaut A. (1996)

Expérimentations sur un prototype de gazogène à balle de riz. Rapport CIRAD-SAR N° 28-96.

Tkhu D.K., Roshchin, V.I., Malysheva O.N., Solov'ev, V.A. (1987)

Fungicidal activity of an extract from wood of *Taubauma Gioi*.

A. Khim. Drev., **1**, 103-104.

Toussaint L (1997)

Utiliser les tannins pour la protection du bois.

Telex bois, **4**, 12.

Valio F.M., Burden R.S. and Schwabe W.W. (1969)

New naturel growth inhinitory in liver wort (*Lunularia cruciaata*.L) drunn.

Nature (Lond), 1176-1178.

Von Schuck H.J. (1977)

Die Wirkung von Monoterpenes auf das Mycel Wachstum von *Formes annosus* (Fr) Cooke.

Eur.J. Patol., **7**, 374-384.

Voulgarinis E.V. (1993)

Oleorésin and gum resin from *Pinus halepensis* as basic constituents in water repellent formulation apllied to wood.

Holz als Roh und Werkstoff, **51**, 324-328.

Walinder M.E.P., Gardner D.J. (1999)

Factors influencing contact angle measurements on wood particles by column wicking.

Journal of Adhesion Science and Technology, **13**(12), 1363-1374.

Walinder M., Johansson I. (2001)

Measurement of wood wettability by the Wilhelmy method. Part 1.

Holzforschung, **55**, 21-32.

Walinder M., Strom G. (2001)

Measurement of wood wettability by the Wilhelmy method. Part 2.

Holzforschung, **55**, 33-41.

Wang U.P. (1975)

March scalpe-up production of bagasse plastic combinations by use of gamma radiation.

Nuclear Science Journal, **12**, 12-22.

Wang S.Y. and Hart J.H. (1970)

Hearthwood extractives of *Maclura ponifer* and their role in decay resistance.

Wood fiber Sci., **15**, 290-301.

Wang S.Y., Chang S.T., Su Y.C. and Kuo Y.M. (1997)

Studies on the extractives of taiwania (*taiwania cryptomerioides* Hayata) : areview .

Quaterly J. Exp Forest. On the National Taiwan University, **11** (4), 67-68.

Watt J.M., Breyer-Brandwijk G.M. (1962)

The medicinal and poisonous plants of Southern and Eastern Africa. Being an account of their medicinal and other uses. Chemical composition, pharmacological effects, and toxicology in man and animal. 2nd ed.

Young, T. (1805)

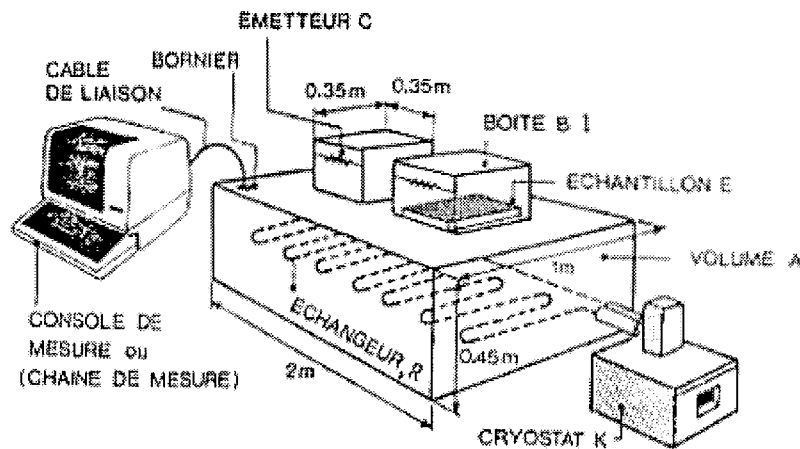
Philos. Trans. R. Sc. London, 95, 65-87.

ANNEXE 1

Méthode de mesure de la conductivité et de la diffusivité thermique

La cellule EI 700 comprend :

a) le volume A maintenu à température faible grâce à un échange R situé à sa base, parcouru par de l'eau glycolée refroidie (environ -5°C) par un cryostat K. Ce volume A est fortement isolé au moyen de l'isolant Styrodur.



b) des boîtes chaudes, B1, revêtues, sur la partie interne de leur face supérieure, d'un film chauffant C dont l'émission de chaleur peut être contrôlée à l'aide d'un rhéostat.

L'échantillon E du matériau à tester est situé entre la boîte B1 et la capacité A de telle manière que les flux latéraux soient négligeables (voir figure X). En refroidissant A et en chauffant B1, on crée un gradient de température entre B1 et A de telle manière que les échanges convectifs sur les faces de E soient nuls.

On fait en sorte, réglage de l'émission de chaleur, que la température à l'intérieur de B1 : T_b soit légèrement supérieure à la température extérieure : T_a (température de la salle d'expérimentation). On relève les températures sur les deux faces de l'échantillon (au centre de celles-ci : T_{cx} et T_c (faces chaude et froide). En régime permanent, obtenu deux ou trois heures après le début de l'expérience, on a :

$$Q = (T_c - T_f) \times A + q_1 \quad (1)$$

Q = puissance émise par C

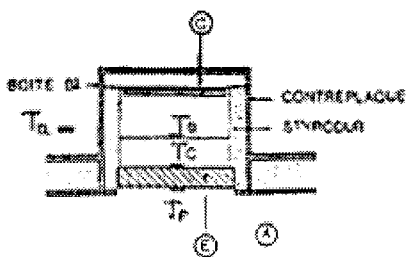
q_1 = pertes latérales dans $B1$

λ = conductivité thermique de l'échantillon E

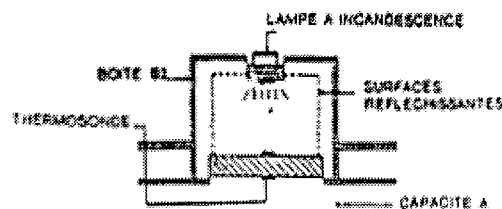
q_1 est en général faible mais non nul, car on ne peut l'obtenir exactement ; $T_b = T_a$; on calcule q_1 par la formule : $q_1 = c (T_b - T_a)$

C'est une constante de l'appareil qui est donnée par le fabricant, mais peut être retrouvée aisément par une seule manipulation. La conductivité λ se déduit de l'égalité (1).

c) La boîte $B1$ peut être remplacée par la boîte $B2$ de mêmes dimensions. A sa partie supérieure est intégrée une lampe ; on renvoie un flux thermique pendant quelques secondes sur la face supérieure de l'échantillon, la durée et l'intensité dépendent de l'épaisseur et de la nature du matériau.



Boîte B1 pour la mesure de conductivité thermique



Boîte B2 pour la mesure de la diffusivité thermique

Par relevé du thermogramme sur la face froide et à l'aide de formules établies à partir de la modélisation du transfert de chaleur, on atteint la diffusivité thermique a .

La connaissance de λ et de $a = \lambda / \rho c_p$ (ρ : masse volumique) permet de déduire la valeur de la chaleur massique C_p .

ANNEXE 2

Enquête en milieu paysan

IDENTIFICATION DU LIEU

Village
Département
Province

IDENTIFICATION DE L'ENQUETE (Encadrer l'une des propositions)

Groupe de personnes individu

UTILISATION DES BOIS LOCAUX

Quelles espèces utilisez-vous ?

Bois d'œuvre	Bois de service	Bois de feu

APPROVISIONNEMENT EN BOIS

A quel endroit prélevez-vous vos bois ? (Encadrer la ou les réponses)

Forêt naturelle Plantations villageoises

CONSERVATION DES BOIS (Mettre une croix dans les cases pour les réponses)

Catégorie de bois	Oui	Non
Bois de service		
Bois d'oeuvre		

Si oui

Quels produits sont utilisés pour la protection des bois (Liste à établir)

Quels sont les procédés employés pour l'application des produits sur les bois ?
(Noter soigneusement comment les gens font)

Précautions prises pour la construction de hangars, greniers et de maisons d'habitation ?
(Prévoir feuille séparée pour recueillir les réponses)

DURABILITE NATURELLE

Quelles sont les espèces de bois utilisées sans aucune mesure de protection ?
(A partir des listes établies plus haut, identifier les espèces à bonne durabilité naturelle)

A votre connaissance, combien de temps ces bois restent-ils intacts sans traitement ?

RECEPTIVITE PAR D'AUTRES TECHNOLOGIES

Seriez-vous intéressé par des méthodes de traitement qu'on vous proposerait ?

ANNEXE 3

Présentation détaillée des essais termites

Identification éprouvettes	Type d'extraction	Début essai	Fin essai	Lot termites
A1 A2 A3	Acétone	10/05/01	5/07/01	3
A4 A5 A6	Ether	10/05/01	5/07/01	3
A7 A8 A9	Hexane	10/05/01	5/07/01	3
A10 A11 A12	Toluène/éthanol	10/05/01	5/07/01	3
A13 A14 A15	Bois naturels (non extraits)	11/05/01	6/07/01	3

Identification éprouvettes	Type d'extraction	Début essai	Fin essai	Lot termites
B1 B2 B3	Acétone	11/05/01	6/07/01	6 F
B4 B5 B6	Ether	11/05/01	6/07/01	6 F
B7 B8 B9	Hexane	11/05/01	6/07/01	6 F 6 F 8 H
B10 B11 B12	Toluène/éthanol	14/05/01	9/07/01	8 H
B13 B14 B15	Bois naturels (non extraits)	14/05/01	9/07/01	8 H 3 3

Identification éprouvettes	Type d'extraction	Début essai	Fin essai	Lot termites
C1 C2 C3	Acétone	9/05/01	4/07/01	6 F
C4 C5 C6	Ether	9/5/01 9/05/01 10/05/01	4/07/01 4/07/01 5/07/01	6 F
C7 C8 C9	Hexane	10/05/01	5/07/01	3
C10 C11 C12	Toluène/éthanol	10/05/01	5/07/01	3
C13 C14 C15	Bois naturels (non extraits)	10/05/01	5/07/01	6 F

Témoin de référence (*Pinus sylvestris*)

Identification éprouvettes	Type d'extraction	Début essai	Fin essai	Lot termites
T1 T2 T3 T4 T5	Bois naturels (non extraits)	14/05/01	9/07/01	8 H 6 F 6 3 6 F

ANNEXE 4

Pertes de masse des éprouvettes de bois (test 2,5 mois)

Perte de masse des éprouvettes de *Pterocarpus erinaceus* après 2,5 mois d'exposition à différents champignons

Champignon	Toluène/éthanol	Témoin	Ether	Témoin	Eau bouillante	Témoin
<i>Coriolus versicolor</i>	4,03	1,58	2,45	1,25	0,79	1,41
<i>Poria placenta</i>	1,18	0,34	1,99	0,80	0,37	1,71
<i>Gloeophyllum trabeum</i>	2,10	1,55	1,98	1,14	0,47	1,80
<i>Coniophora puteana</i>	1,64	0,11	1,99	1,70	-0,38	0,60
<i>Phanerochaete chrysosporium</i>	3,92	1,17	1,97	1,13	-0,07	0,96

Perte de masse des éprouvettes de *Prosopis africana* après 2,5 mois d'exposition à différents champignons

Champignon	Toluène/éthanol	Témoin	Ether	Témoin	Eau bouillante	Témoin
<i>Coriolus versicolor</i>	2,56	-0,08	1,84	0,73	0,30	0,48
<i>Poria placenta</i>	1,70	0,03	1,10	0,21	-0,31	0,08
<i>Gloeophyllum trabeum</i>	2,40	0,24	0,51	0,09	0,12	0,18
<i>Coniophora puteana</i>	2,25	0,21	1,18	0,75	0,56	0,94
<i>Phanerochaete chrysosporium</i>						

Perte de masse des éprouvettes de *Burkea africana* après 2,5 mois d'exposition à différents champignons

Champignon	Toluène/éthanol	Témoin	Ether	Témoin	Eau bouillante	Témoin
<i>Coriolus versicolor</i>	1,67	1,12	1,91	0,85	0	1,22
<i>Poria placenta</i>	1,01	0,49	1,50	1,10	-0,12	1,22
<i>Gloeophyllum trabeum</i>	2,67	1,29	1,15	0,95	-0,13	0,40
<i>Coniophora puteana</i>	2,88	1,31	2,15	1,72	0,18	1,44
<i>Phanerochaete chrysosporium</i>	2,38	1,23	1,79	1,26	0,44	1,43



UNIVERSITÉ HENRI POINCARÉ
BIBLIOTHÈQUE DES SCIENCES
Rue du Jardin Botanique - BP 11
54601 VILLERS-LES-NANCY Cédex

e/n/s/t/i/b

Service de la Sclolarité

Affaire suivie par : Noëlle GREMILLET

AVIS DU JURY SUR LA REPRODUCTION DE LA THESE SOUTENUE

Ecole Doctorale : Ressources, Procédés, Produits, Environnement

**Doctorat de l'Université Henri Poincaré, Nancy 1 en :
SCIENCES ET TECHNOLOGIES INDUSTRIELLES**

Nom et Prénom de l'auteur : Monsieur NEYA Béli

Date de la soutenance : 13 Novembre 2002

Président du Jury – Nom, Prénom : Pr A Pizzi

Membres du Jury – Nom, Prénom : M M. B. THIBAUT (rapporteur)
M. M J. H. THOMASSIN (rapporteur)
M. M. R. KELLER
M. M P. GERARDIN
M. M R. SMITH (invité).

- ☒ Thèse pouvant être reproduite en l'état
☐ Thèse pouvant être reproduite après corrections suggérées au cours de la soutenance
☐ Thèse ne pouvant être reproduite

Le 13-11-2002
Le Président du Jury

3C-F8B A renvoyer au Service de la Sclolarité de l'ENSTIB dans les meilleurs délais.

Valorisation de la biomasse du Burkina Faso : Faisabilité de panneaux de particules à base de déchets agricoles & Recherche de nouveaux biocides pour la préservation du bois à partir d'essences naturellement durables

La première partie du travail concerne la fabrication de panneaux de particules à partir de bagasse de canne à sucre ou de balle de riz en utilisant différentes résines dont des résines Mélamine-Urée-formol (MUF), des résines Phénol-Formaldéhyde (PF), des résines polyisocyanates (PMDI) et enfin des mélanges de résines PMDI/PF. Les résultats obtenus montrent que l'utilisation de résines PMDI donne les meilleurs résultats (bonnes propriétés mécaniques et bonne résistance à l'humidité), alors que les résines PF conduisent à des résultats légèrement inférieurs. Les mélanges PMDI/PF n'ont pas conduit aux résultats attendus, les panneaux obtenus ayant des propriétés quasi-équivalentes à ceux réalisés avec les résines PF. Les résines MUF conduisent aux résultats les moins satisfaisants.

La deuxième partie du travail, concerne l'étude des raisons de la durabilité naturelle des bois de *Burkea africana*, *Prosopis africana* et *Pterocarpus erinaceus* afin de mettre en évidence de nouveaux biocides utilisables pour la préservation du bois. La séparation des matières extractibles contenues dans les différents bois et l'étude de leurs propriétés fongicides permet de mettre en évidence les propriétés biocides de certains de ces extraits. L'étude de la durabilité d'éprouvettes ayant ou non subies des extractions préalables montre que la présence des extractibles ne permet pas à elle seule d'expliquer la résistance des bois étudiés à l'attaque des champignons ainsi que des termites. Le caractère hydrophobe du bois ainsi que sa forte stabilité dimensionnelle seraient également des facteurs importants de la résistance de ces bois. L'analyse des produits présents dans les extraits étherés indique la présence de graisses, de cires et de squalène pouvant être à la base des résultats précédents.

Mots clés : Bagasse / Balle de riz / Panneau de particules / *Burkea africana* / *Prosopis africana* / *Pterocarpus erinaceus* / Extrait / Durabilité / Stabilité dimensionnelle.

Valorization of the biomass of Burkina Faso: Feasibility of particle boards containing agricultural waste and Research for new biocides for wood preservation from naturally durable trees.

The first part of work concerns the manufacture of particle boards with sugarcane bagasse or rice husk using various resins among which Melamine-Urea-formaldehyde resins (MUF), Phenol-Formaldehyde resins (PF), polyisocyanates resins (PMDI) and finally of mixtures of PMDI/PF resins. The results obtained show that utilization of PMDI resins gives the best results (good mechanical properties and good water resistance), while PF resins lead to slightly lower results. Mixtures PMDI/PF don't give the awaited results, particle boards obtained having properties similar to those obtained with PF resins. MUF resins lead to the less satisfactory results.

The second part of the work, concerns the study of reasons of the natural durability of *Burkea africana*, *Prosopis africana* and *Pterocarpus erinaceus* woods in order to identify new biocides for wood preservation. The separation of the extracts matters contained in the different woods and the study of their fungicidal properties indicates the biocidal properties of some of the compounds contained in the extracts. The study of wood durability undergone with or without preliminary extractions shows that the presence of biocidal compounds in the extracts does not allow to explain the resistance of studied wood to fungi and termites attack. The hydrophobic character of wood as its strong dimensional stability would be also a significant factor of its resistance. The analysis of the products in the etheral extracts indicates the presence of greases, waxes and squalene which can be at the base of the preceding results.

Key words: Bagasse / Rice husk / Particle Board / *Burkea africana* / *Prosopis africana* / *Pterocarpus erinaceus* / Extract / Durability / Dimensional Stability