



HAL
open science

Caractérisation chimique et application à la préservation du bois des oléorésines d'*Aucoumea klaineana* (Okoumé), *Canarium schweinfurthii* (Aiélé), *Dacryodes buettneri* (Ozigo) et *Dacryodes edulis* (Safoutier) du Gabon

Walter Fiacre Bédounguindzi

► To cite this version:

Walter Fiacre Bédounguindzi. Caractérisation chimique et application à la préservation du bois des oléorésines d'*Aucoumea klaineana* (Okoumé), *Canarium schweinfurthii* (Aiélé), *Dacryodes buettneri* (Ozigo) et *Dacryodes edulis* (Safoutier) du Gabon. Chimie. Université de Lorraine, 2020. Français. NNT : 2020LORR0070 . tel-02960261

HAL Id: tel-02960261

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-02960261>

Submitted on 18 Oct 2022

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>



THÈSE

Présentée à

L'Université de Lorraine

Ecole doctorale Sciences et Ingénieries des Molécules, des Produits, des Procédés et de l'Energie

Par

Walter Fiacre BÉDOUNGUINDZI

En vue de l'obtention du

Doctorat de L'Université de Lorraine

Spécialité : **Sciences du Bois et des Fibres**

Caractérisation chimique et application à la préservation du bois des oléorésines d'*Aucoumea klaineana* (Okoumé), *Canarium schweinfurthii* (Aiélé), *Dacryodes buettneri* (Ozigo) et *Dacryodes edulis* (Safoutier) du Gabon

Soutenue le 07/07/2020

Devant la commission d'examen formée de :

Rapporteurs :

Céline TARNUS

Professeur, Université de Haute Alsace

Bertrand CHARRIER

Professeur, Université de Pau et des Pays de l'Adour

Examineurs :

Tatjana STEVANOVIC JANEZIC

Professeur, Université Laval

Joris VAN ACKER

Professeur, Université de Ghent

Christine GERARDIN-CHARBONNIER

Professeur, Université de Lorraine

Prosper EDOU ENGONGA

Maître de Conférences CAMES, ENS Libreville, Co-directeur de thèse

Stéphane DUMARCAY

Professeur, Université de Lorraine, Co-Directeur de thèse

Philippe GERARDIN

Professeur, Université de Lorraine, Directeur de thèse

Invités

Marie-France THEVENON

Docteur HDR, CIRAD, Montpellier

Kévin CANDELIER

Chercheur, CIRAD, Montpellier

➤ A Mon père **Albert NTOTOME**, ma mère **Denise MEMBEKA**, mes sœurs **Cathérine AKANDZAMBIE**, **Marie-Agnès ATINAKA** et **Sylvie NTAÏ**, ainsi que mes frères **Guy Steeve Rodrigue OKWANGUI**, **Arthur Fédric NKOUME**, **Joachim André NGONE** et **Pascal SE NANG**, j'aurai aimé que vous soyez-là ce jour hélas, vous nous avez quitté trop tôt, nous laissant dans la douleur. Que vos âmes reposent en paix.

➤ A toute la famille **Albert NTOTOME ANGWE**

➤ A ma fille **Laure Estelle NKOQHE WALTER** et sa mère **Vicky IMENDJI**

➤ A ma grande sœur **Albertine NYAMBA**

Remerciements

Je désire exprimer ma profonde gratitude accompagnée de l'expression de mon respect à Monsieur **Philippe GERARDIN**, Professeur à l'Université de Lorraine, Directeur du LERMAB, mon directeur de thèse. Sans sa confiance, ce travail n'aurait pas abouti. Je lui suis reconnaissant pour son soutien constant, de la période d'apprentissage d'utilisation des appareils jusqu'à la phase finale de la rédaction de la thèse. Il n'a ménagé aucun effort pour l'aboutissement et la réussite de ce projet de thèse.

Je tiens à remercier Madame **Céline TARNUS**, Professeur de l'Université des Hautes- Alsace, , Monsieur **Bertrand CHARRIER**, Professeur de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, Madame **Tatjana STEVANOVIC JANEZIC**, Professeur de l'Université Laval, Monsieur **Joris VAN ACKER**, Professeur de l'Université de Ghent et Madame **Christine GERARDIN-CHARBONNIER**, Professeur de l'Université de Lorraine pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Ma profonde gratitude va aussi à Monsieur **Stéphane DUMARCAY**, Professeur à l'Université de Lorraine. J'ai eu le privilège d'être encadré de façon exemplaire par quelqu'un de dynamique, doué, et rigoureux. Sans doute mes connaissances sur les appareils doivent beaucoup à son apprentissage.

Je tiens également à remercier Monsieur **Prosper EDOU ENGONGA**, Maître de Conférences CAMES, à L'Ecole Normale Supérieure de Libreville, pour m'avoir choisi dès le master à l'ENEF au Gabon, d'avoir guidé mes premiers pas dans la recherche et d'avoir proposé mon sujet de thèse.

J'exprime ma vive reconnaissance à Madame **Marie-France THEVENON** Docteur, HDR, au CIRAD Montpellier, de m'avoir permis de réaliser les tests de résistances vis-à-vis des termites dans de très bonne conditions, au sein de l'unité de recherche BioWooEB du CIRAD de Montpellier et d'avoir également accepté d'examiner ce travail.

Un grand merci à Monsieur **Kévin CANDELIER**, chercheur au CIRAD Montpellier de m'avoir encadré dans la mise en oeuvre des essais de caractérisation des propriétés antitermites et des test de résistance faces aux attaques de termites. Merci pour son soutien, sa disponibilité

et notamment ses interprétations et corrections dans les résultats sur les termites qui m'ont été d'un précieux secours.

Mes remerciements pour Monsieur **Alain SOUZA**, Maître de Conférences CAMES, Vice-recteur à l'Université des Sciences et Techniques de Masuku, pour ses corrections et conseils.

A Madame **Priscilla Linda OMOUENDZE MOUARAGADJA**, Docteur et Directrice de la recherche à l'Ecole Nationale des Eaux et des Forêts, pour ses conseils, et encouragements durant les 3 ans de thèse.

Mes remerciements à mes camarades de bureau et de paillasse du LERMAB en particulier **Christ Stone Arnaud BOPENGA BOPENGA**, **Henri MEYO DEGBOEVI**, **Mahdi MUBAROK** pour leurs conseils et discussions intenses pour nous détendre.

A Madame **Solafa SALMAN**, Docteur, pour son initiation au protocole d'imprégnation sous vide ainsi qu'à la préparation des milieux de cultures en microbiologie.

A Monsieur **Firmin OBOUNOU**, Maître de Conférences à l'Université de Lorraine, pour ses conseils de rédaction et d'évaluation du manuscrit.

Je remercie également mes camarades du LERMAB, **Sébastien NGWA OBAME**, **Cherryl Mirabelle ZANG ONDO**, **Saint-Bickolard MABICKA IWANGOU**, **Errol MOUGNALA MOUKAGNI**, **Sarah Cheron CHEPKWONY** pour l'ambiance conviviale et fraternelle qui a toujours régné entre nous.

A mes camarades d'autres laboratoires, **Jean Léon ZUE ONDO**, **Claude Feldman PAMBOU NZIENGUI**, **Anris Starlin Peguy ENGONZOGHO**, **Arsène BIKORO BI ATHOMO**, **Cédric Horphé NDONG BIDZO**, **Martian ASSEKO ELLA** et **Arnaud Clauvy's ENGONGA EDZANG**, nos retrouvailles aux différents GDR (Cluny 2018 et Epinal 2019) étaient toujours riches en couleurs et en émotions.

Aux personnels techniques et administratifs du LERMAB, plus particulièrement à **Nicolas HOUSSEMENT**, **Corinne COURTEHOUX**, **Laetitia MOURITANY** et **Emmanuel MARTIN** pour leurs différentes aides.

A mes nièces **Laetitia ATINAKA**, **Philomène MEKINA** et mes petites sœurs à savoir **La chance LEPEMANGOYE**, **Elodie NGANTCHOU KEMADJOU** et **Laure OBONE ONDO**, votre confiance en moi était sans faille.

A **Jim Randy NGASSA ABONGO**, **Vicky IMENDJI** et **Philémon BOUDIA NZAMBE**, pour l'identification des essences, la récolte des résines et les conseils pratiques dans les arboretums de l'IPHAMETRA à Sibang et RAPONDA WALKER au Cap-Estérias.

A mon tuteur **Joseph Lapensée ESSINGONE** et sa femme **Laure Estelle NKOGHE**, pour leurs encouragements sans fin depuis le Lycée et surtout leur soutien financier.

Je n'oublierai pas l'Ecole Nationale des Eaux et Forêts (ENEF), *via* ses différents Directeurs, qui m'ont permis d'échantillonner sans encombre dans le l'arboretum RAPONDA WALKER.

A Monsieur **Samuel IKOGOU**, Docteur, ancien responsable Master Science du Bois ENEF pour son soutien et d'avoir convaincu le Directeur de l'IPHAMETRA de l'époque de me permettre d'échantillonner dans son arboretum.

Sommaire

Remerciements	IV
Sommaire	VII
Liste des abréviations	XII
Liste des figures	XIII
Liste des tableaux	XVII
Liste des formules (Equations)	XX
Contributions scientifiques	XXI

Introduction générale	1
------------------------------------	----------

Partie 1 : Etat de l'art	6
---------------------------------------	----------

I. Le bois : structure, durabilité et biodégradation	7
---	----------

I.1. La structure anatomique du bois.....	7
---	---

I.2. La structure macroscopique du bois	8
---	---

I.3. Ultrastructure d'une cellule de bois et parois cellulaire	11
--	----

I.4. Composition chimique du bois	12
---	----

I.4.a. La cellulose	13
---------------------------	----

I.4.b. Les hémicelluloses	14
---------------------------------	----

I.4.c. Les lignines	15
---------------------------	----

I.4.d. Les extractibles	17
-------------------------------	----

I.4.d.1. Les terpènes et terpénoïdes	18
--	----

I.4.d.2. Les cires et glycérides.....	19
---------------------------------------	----

I.4.d.3. Les composés phénoliques	19
---	----

I.4.d.4. Les tannins.....	20
---------------------------	----

I.4.d.5. Les constituants inorganiques.....	21
---	----

I.5. Interactions entre le bois et l'eau.....	21
---	----

I.5.a. Accessibilité des groupements hydroxyles	22
---	----

I.5.b. Point de saturation	22
----------------------------------	----

I.5.c. Retrait et gonflement du bois	22
--	----

I.6. Dégradation du bois par les agents biologiques	23
---	----

I.6.a. Les champignons.....	23
-----------------------------	----

I.6.b. Les moisissures.....	24
I.6.c. Les champignons de bleuissement	25
I.6.d. Les échauffures	25
I.6.e. Les basidiomycètes	26
I.6.f. La pourriture molle	29
I.6.g. Les insectes	30
I.6.g.1. Les insectes nidificateurs.....	30
I.6.g.2. Les insectes à larves xylophages	31
I.7. Classes d’emploi du bois.....	38
I.8. Durabilité naturelle du bois	39
I.9. Durabilité conférée au bois	41
I.9.a. Méthodes de traitements du bois	41
I.9.a.1. Traitements du bois en surface.....	41
I.9.a.2. Traitement du bois par imprégnation en profondeur	42
I.9.b. Origine de la préservation du bois (Gérardin-Charbonnier & Gérardin, 2019).....	43
I.9.c. La préservation du bois de nos jours (Gérardin-Charbonnier & Gérardin, 2019) ...	44
I.9.d. Réglementation et législation européenne	51
I.9.e. Les alternatives pour le futur.....	51
I.9.e.1. Traitement thermique du bois	52
I.9.e.2. Modification chimique	53
II. Généralité sur les essences, les oléorésines et les huiles essentielles	57
II.1. Contexte forestier gabonais	57
II.1.a. <i>Aucoumea klaineana</i> Pierre : caractères botaniques et biodiversité.....	58
II.1.b. <i>Canarium schweinfurthii</i> Engl : caractères botaniques et biodiversité.....	59
II.1.c. <i>Dacryodes buettneri</i> H.J. Lam : caractères botaniques et biodiversité.....	60
II.1.d. <i>Dacryodes edulis</i> (G. Don) H.J. Lam : Caractère botaniques et biodiversité	61
II.2. Les oléorésines (exsudats des plantes)	63
II.2.a. Les tissus conducteurs et sécréteurs des plantes vasculaires	66
II.2.a.1. Les tissus conducteurs.....	66
II.2.a.2. Les tissus sécréteurs.....	66
II.2.b. Les phénomènes d’exsudation chez les arbres	67
II.2.b.1. Les différents types d’exsudats des plantes	69
II.2.b.2. Les exsudats résineux.....	69

II.2.b.3. Les élémis	69
II.2.c. Les origines et voies de synthèse des composés d'exsudats résineux	71
II.2.d. La composition chimique des élémis.....	71
II.2.e. Les propriétés physico-chimiques des exsudats résineux	74
II.2.f. L'utilisation des exsudats résineux	75
II.3. Les huiles essentielles (HE)	75
II.3.a. L'identification	75
II.3.b. L'historique	75
II.3.c. Les propriétés et usages.....	76
Partie 2 : Protocoles expérimentaux et matériels	78
I. Extraction et caractérisation chimique des oléorésines à l'aide de la GC/MS.....	79
I.1. La matière végétale	79
I.2. Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation	79
I.3. Séparation ou purification des oléorésines.....	80
I.4. Analyse des huiles essentielles et des deux fractions de résines.....	80
II. Evaluation des propriétés antifongiques et antitermites des différentes oléorésines ...	83
II.1. Matériel Biologique	83
II.2. Les termites	84
II.3. Tests biologiques	85
II.3.a. Tests d'inhibition fongique	85
II.3.b. Tests antitermites	86
III. Evaluation de l'efficacité des traitements du hêtre et du pin par imprégnation des oléorésines des quatre essences gabonaises	89
III.1. Echantillons du bois pour les tests	89
III.2. Protocole d'Imprégnation sous vide de laboratoire	90
III.3. Le protocole de lessivage	91
III.4. Tests biologiques	92
III.4.a. Résistance fongique	92
III.4.b. Résistance aux termites	94
IV. Etude de l'efficacité de l'association des oléorésines et du Tébuconazole dans la préservation du bois de pin et du hêtre.....	97
IV.1. Le matériel.....	97
IV.2. Traitement des bois par imprégnation.....	97

IV.3. Protocole de Lessivage	98
IV.4. Tests biologiques	99
Partie 3 : Résultats et discussions	100
I. Séparation et analyse chimique des oléorésines des différentes essences.....	101
I.1. Taux d'extraction	101
I.1.a. Taux d'extraction des quatre huiles essentielles (HE)	101
I.1.b. Taux d'extraction des résines purifiées des différentes essences.....	102
I.2. Caractérisation chimique.....	103
I.2.a. Méthode utilisée pour l'identification des principaux composés	103
I.2.b. Analyse chimique des différentes fractions par GC/MS.....	105
I.2.b.1. Composition chimique de la résine brute de chacune des trois essences	105
I.2.b.2. Composition chimique des huiles essentielles de chacune des trois essences	108
I.2.b.3. Composition chimique de la résine purifiée de chacune des trois essences..	112
I.3. Discussion	114
I.3.a. Identification des triterpènes	114
I.3.b. Etude comparative de la composition chimique des trois fractions des différentes essences étudiées	117
II. Tests antifongiques et antitermites des oléorésines des différentes essences sur quatre pourritures de bois et des termites	123
II.1. Tests biologiques	123
II.1.a. Test d'inhibition fongique des différentes oléorésines	123
II.1.a.1. Tests avec des résines brutes	123
II.1.a.2. Tests avec les huiles essentielles.....	125
II.1.a.3. Tests avec les résines purifiées	126
II.2. Tests antitermites	127
II.2.a. Test avec les résines brutes	127
II.2.b. Tests avec les huiles essentielles	129
II.2.c. Tests avec les résines purifiées	130
II.3. Discussion	132
III. Evaluation de l'efficacité des oléorésines d'<i>A. klaineana</i>, <i>C. schweinfurthii</i> ; <i>D. buettneri</i> et <i>D. edulis</i> pour la préservation du bois	135
III.1. Imprégnation et lessivage des éprouvettes traitées	135

III.1.a. Gain de masse et taux de lessivage des éprouvettes traitées par les RB	135
III.1.b. Gain de masse et taux de lessivage des éprouvettes traitées par les HE.....	137
III.1.c. Gain de masse et taux de lessivage des éprouvettes traitées par les RP	138
III.2. Résistance fongique.....	140
III.2.a. Traitement à base de résine brute.....	140
III.2.b. Traitement à base d'huiles essentielles.....	142
III.2.c. Traitement à base de résines purifiées	144
III.2.d. Discussion.....	145
III.3. Résistance aux termites.....	147
III.3.a. Traitement par les RB.....	147
III.3.b. Traitement par les HE	149
III.3.c. Traitement par les RP	150
III.3.d. Discussion.....	152
IV. Association des oléorésines de trois essences et du Tébuconazole dans la préservation du bois de pin et de hêtre	154
IV.1. Comportements des formulations lors des phases d'imprégnation et de lessivage.	154
IV.2. Durabilité des éprouvettes traitées par l'association des oléorésines et le Tébuconazole vis-à-vis de deux pourritures de bois.....	159
IV.3. Résistance des éprouvettes traitées par des associations d'oléorésines et de Tébuconazole vis-à-vis des termites.....	166
Conclusion générale.....	172
Annexe	176
Bibliographie	189
Résumé	217
Abstract.....	217

Liste des abréviations

Ac : acétone

Ak : *Aucoumea klaineana*

CP : *Coniophora puteana*

Cs : *Canarium Schweinfurthii*

CV : *Coriolus versicolor*

Db : *Dacryodes buettneri*

De : *Dacryodes edulis*

EN : normes européennes

EtOH : éthanol

GC-MS : chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

H% : taux d'humidité

HE : huile (s) essentielle (s)

HR: humidité relative

L: lessivé

NIST: National Institute of Standards and Technology

NF : norme française

NL : non lessivé

PM : perte de masse

PMter : perte de masse des éprouvettes et /ou papiers filtres soumis aux termites

PCP : pentachlorophénol

PP : *Poria placenta*

Ppm : partie par million

PS : *Pycnoporus sanguineus*

RB : résine brute

RP : résine purifiée

T : Tébuconazole

TS : Taux de survie

Liste des figures

Figure 1: Coupe transversale d'un tronc d'arbre	9
Figure 2: Description des trois plans de coupe : transversal (CT), longitudinal radial (CLR) et longitudinal tangentiel (CLT)	10
Figure 3: Observation microscopique de coupes transversales de bois de chêne (droite) et de Pin sylvestre (gauche) (Pignolet, 2008)	10
Figure 4: Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire (Kretschmann, 2003)	12
Figure 5: Structure de la cellulose	13
Figure 6: Liaisons hydrogène intra et intermoléculaires de la cellulose.....	14
Figure 7: Structure principale des résineux : galactoglucomannane (15-20%) (hexosane)	15
Figure 8: Structure partielle des résineux : Ara-4-O-MeGluA-Xylan (8-12%) (pentosane).....	15
Figure 9: Structure principale des feuillus : Acetyl-4-O-MeGluA-Xylan (20-30%) (pentosane)15	
Figure 10: Précurseurs de la lignine. a : alcool p-coumarylique, b : alcool coniférylique et c : alcool sinapylique	16
Figure 11: Structure partielle d'une lignine de bois résineux (Alder, 1977)	17
Figure 12: Structure de l'isoprène.....	18
Figure 13 : Structures des principaux extractibles lipophiles	19
Figure 14: Structure des principaux extractibles phénoliques et polyphénoliques	21
Figure 15: Moisissures sur le bois	24
Figure 16: Coloration bleu/gris sur le bois de charpente due à la présence d'agents de bleuissement	25
Figure 17: L'échauffement du bois.....	26
Figure 18: Observation macroscopique d'un bois d'apparence cubique due à l'attaque du bois par la pourriture brune	27
Figure 19: Observation macroscopique d'un bois d'apparence fibreuse due à l'attaque du bois par la pourriture blanche	29
Figure 20: Observation macroscopique d'un bois altéré par la pourriture molle	30
Figure 21: Abeille charpentière dévorant le bois.....	31
Figure 22: Cycle de développement des coléoptères	32

Figure 23 : a) <i>Hylotrupes bajulus</i> adulte, b) à l'état de larve et c) les dégâts qu'elle provoque (Pignolet, 2008)	33
Figure 24: <i>Lyctus linearis</i> adulte et des trous d'émergences.....	34
Figure 25: La grosse vrillette à gauche et la petite vrillette dévorant le bois à droite	36
Figure 26: a) Termites ouvriers de l'espèce <i>Reticulitermes</i> , b) dégâts sur le bois.....	37
Figure 27: Cycle de développement des termites (SAPA).....	38
Figure 28: Pentachlorophénol.....	50
Figure 29: Réaction de l'anhydride acétique sur les groupements hydroxyles du bois	53
Figure 30: Réaction de l'alcool furfurylique sur une unité guaiacyle des lignines.....	54
Figure 31: Monomère de mélamine/formol	54
Figure 32: Les quatre essences gabonaises dont les oléorésines ont été étudiées a) <i>A. klaineana</i> ; b) <i>C. schweinfurthii</i> ; c) <i>D. buettneri</i> ; d) <i>D. edulis</i>	63
Figure 33: Oléorésine (résine brute) de <i>D. buettneri</i>	65
Figure 34: Canaux résinifères chez les pins (Nabors, 2009).....	67
Figure 35: Illustration des différents rôles des exsudats chez un arbre (Santiago-blay & Lambert, 2007)	68
Figure 36: Quelques structures chimiques des composés triterpéniques identifiés dans les élémis	74
Figure 37: a) Lieu d'échantillonnage ; b) montage de type Clevenger ; c) Centrifugeuse ; d) Evaporateur rotatif ; e) Appareil GC/MS Perkin Elmer Clarus 680 SQ8.....	82
Figure 38: Principe d'identification des composés issus de nos différentes fractions	82
Figure 39: Les quatre souches repiquées sur milieu gélosé.....	84
Figure 40: Termites de l'espèce <i>Réticulitermes</i>	84
Figure 41: Schéma de l'évaluation de l'activité antifongique par mesure du diamètre de croissance du mycélium	86
Figure 42: Principe d'évaluation de l'activité antitermite	88
Figure 43: Dispositif d'imprégnation au LERMAB	90
Figure 44: Dispositif du lessivage LERMAB.....	92
Figure 45: Principe d'évaluation de la résistance fongique suivant la norme EN 113, durée 12 semaines.....	93
Figure 46: Exposition des éprouvettes traitées vis-à-vis des champignons	94

Figure 47: Principe d'évaluation de la résistance au termite suivant la norme EN 117, durée 4 semaines.....	95
Figure 48: Exposition des éprouvettes traitées ou non sur les termites : boîte de Pétri exposées dans l'étuve (a) et les éprouvettes en contact avec les termites	96
Figure 49: Chromatogramme des RB de <i>D. edulis</i> et identification des pics observés qui représentent les composés obtenus dans toutes les essences entre 18 et 20 min	104
Figure 50: Chromatogrammes des différentes résines brutes a) <i>A. klaineana</i> ; b) <i>C. schweinfurthii</i> ; c) <i>D. buettneri</i> ; d) <i>D. edulis</i>	105
Figure 51: Chromatogrammes des différentes huiles essentielles de trois essences : a) <i>A. klaineana</i> ; b) <i>C. schweinfurthii</i> ; c) <i>D. buettneri</i> ; d) <i>D. edulis</i>	108
Figure 52: Chromatogrammes des différentes résines purifiées de trois essences : a) <i>A. klaineana</i> , b) <i>C. schweinfurthii</i> ; c) <i>D. buettneri</i> ; d) <i>D. edulis</i>	112
Figure 53: Spectre de masse du composé 6 de la RB de <i>D. edulis</i> (a), comparé à celui de l' α -amyrine standard (b) acheté au commerce ; spectre de masse du composé 1 (c) présent dans les RB et RP des différentes essences	115
Figure 54: Chromatogramme de la zone triterpénique de l'encens commercial « résine de type Erythréen » (a) et celui d'un échantillon résineux archéologique "L41", Dashour, Egypte (b)(Mathe et al., 2004)	116
Figure 55: Visuel de l'inhibition de la croissance de <i>C. puteana</i> face à l'HE de <i>C. schweinfurthii</i>	127
Figure 56: Visuel des papiers filtre après exposition aux termites	131
Figure 57: Les éprouvettes de hêtre et d'aubier de pin sylvestre imprégnées avant exposition aux différents agents de dégradation du bois	139
Figure 58: Exposition des éprouvettes traitées vis-à-vis de <i>C. versicolor</i>	143
Figure 59: Visualisation des éprouvettes traitées lessivées et non lessivées (b), puis les éprouvettes témoins (a) après exposition face aux termites	152
Figure 60: Perte de masse (%) des éprouvettes de bois de hêtre imprégnées avec les différentes fractions de résine <i>A. klaineana</i> associées au tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à <i>C. versicolor</i> , avant [A] et après lessivage [B].....	159
Figure 61: Perte de masse (%) des éprouvettes d'aubier pin sylvestre imprégnées avec les différentes fractions de résine d' <i>A. klaineana</i> associées au tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à <i>C. puteana</i> , avant [A] et après lessivage [B].....	160

Figure 62: Perte de masse (%) des éprouvettes de hêtre imprégnées avec les différentes fractions de résine de <i>C. schweinfurthii</i> associées au tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à <i>C. versicolor</i> , avant [A] et après lessivage [B].	161
Figure 63: Perte de masse (%) des éprouvettes d'aubier pin sylvestre imprégnées avec les différentes fractions de résine de <i>C. schweinfurthii</i> associées au tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à <i>C. puteana</i> , avant [A] et après lessivage [B].	162
Figure 64: Perte de masse (%) des éprouvettes de hêtre imprégnées avec les différentes fractions de résine de <i>D. edulis</i> associées au tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à <i>C. versicolor</i> , avant [A] et après lessivage [B].	163
Figure 65: Perte de masse (%) des éprouvettes d'aubier pin sylvestre imprégnées avec les différentes fractions de résine de <i>D. edulis</i> associées au tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à <i>C. puteana</i> , avant [A] et après lessivage [B].	164

Liste des tableaux

Tableau 1: Composition des espèces résineuses et feuillus en pourcentage massique	13
Tableau 2: Classe d'emplois, agents d'altération potentiels et zones vulnérables. Tableau inspiré de la norme EN 335-2.....	39
Tableau 3: Définition des classes de durabilité naturelle pour les champignons coléoptère et termites selon la norme EN 350-2	40
Tableau 4: Durabilité naturelle du duramen des essences utilisées lors de cette étude, extrait de la norme EN 350-2.....	40
Tableau 5: Classification de l'imprégnabilité des bois selon la norme EN 350-2.....	42
Tableau 6: Imprégnabilité des essences sélectionnées pour l'étude	42
Tableau 7: Risques biologiques impliqués dans les applications courantes du bois massif....	45
Tableau 8: Structures chimique de quelques composants des créosotes.....	47
Tableau 9: Composition des trois types de CCA.....	48
Tableau 10: Exemples des principale familles de biocides organiques	50
Tableau 11: Les principaux composés identifiés dans les exsudats de quelques espèces du genre <i>Canarium</i> (Elouma Ndinga, 2010).....	72
Tableau 12: Taux d'extraction des huiles essentielles des quatre essences	101
Tableau 13: Taux d'extraction des résines purifiées des quatre essences avec différents solvants.....	102
Tableau 14: Tableau récapitulatif des composés identifiés dans les résines brutes.....	106
Tableau 15: Tableau récapitulatif des composés identifiés dans les huiles essentielles.....	109
Tableau 16: Tableau récapitulatif des composés identifiés dans les résines purifiées	113
Tableau 17: Pourcentage des différentes classes de constituants des RB des quatre essences	117
Tableau 18: Pourcentage des différentes classes de constituants des HE des quatre essences	119
Tableau 19: Pourcentage des différentes classes de constituants de RP des quatre essences	120
Tableau 20: Inhibition de la croissance fongique par les résines brutes après 12 jours maximum	123

Tableau 21: Inhibition de la croissance fongique par les huiles essentielles après 12 jours maximum.....	125
Tableau 22: Inhibition de la croissance fongique par les résines purifiées après 12 jours maximum.....	126
Tableau 23: Perte de masse des papiers imbibés de résines brutes après 2 semaines d'exposition.....	128
Tableau 24: Perte de masse des papiers imbibés d'huile essentielles après 2 semaines d'exposition.....	129
Tableau 25: Perte de masse des papiers imbibés de résines purifiées après 2 semaines d'exposition.....	130
Tableau 26: Gain de masse avant et après lessivage.....	136
Tableau 27: Gain de masse avant et après lessivage.....	137
Tableau 28: Gain de masse avant et après lessivage.....	138
Tableau 29: Perte de masse des éprouvettes traitées par les RB, 12 semaines après exposition aux 4 champignons de pourriture.....	140
Tableau 30: Perte de masse des éprouvettes traitées par les HE, 12 semaines après exposition aux 4 champignons de pourriture.....	142
Tableau 31: Perte de masse des éprouvettes traitées par les RP, 12 semaines après exposition aux 4 champignons de pourriture.....	144
Tableau 32: Perte de masse des éprouvettes et taux de survie de termites après 4 semaines d'exposition.....	147
Tableau 33: Perte de masse des éprouvettes et taux de survie de termites après 4 semaines d'exposition.....	149
Tableau 34: Perte de masse des éprouvettes et taux de survie de termites après 4 semaines d'exposition.....	150
Tableau 35: Pourcentages de gain de masse et valeur des écarts types des échantillons d'aubier de pin et de hêtre imprégnés des formulations à base de RB d'A. <i>klaineana</i> , <i>C. schweinfurthii</i> , <i>D. edulis</i> et de Tébuconazole.....	155
Tableau 36: Valeurs moyennes des pourcentages de gain de masse et des écarts types des échantillons d'aubier de pin et de hêtre imprégnés des formulations à base d'HE d'A. <i>klaineana</i> , <i>C. schweinfurthii</i> , <i>D. edulis</i> et de Tébuconazole.....	156

Tableau 37: Valeurs moyennes des pourcentages de gain de masse et des écarts types des échantillons d'aubier de pin et de hêtre imprégnés des formulations à base de RP d'A. <i>klaineana</i> , <i>C. schweinfurthii</i> , <i>D. edulis</i> et de Tébuconazole.....	157
Tableau 38: Perte de masse moyennes et valeur de l'écart-type des éprouvettes d'aubier de pin imprégnées de différentes formulations à base de RB d'A. <i>klaineana</i> , <i>C. schweinfurthii</i> , <i>D. edulis</i> et de Tébuconazole, et soumises ou non à un processus de lessivage.....	166
Tableau 39: Perte de masse moyennes et valeur de l'écart-type des éprouvettes d'aubier de pin imprégnées de différentes formulations à base d'HE d'A. <i>klaineana</i> , <i>C. schweinfurthii</i> , <i>D. edulis</i> et de Tébuconazole, et soumises ou non à un processus de lessivage.....	168
Tableau 40: Perte de masse moyennes et valeur de l'écart-type des éprouvettes d'aubier de pin imprégnées de différentes formulations à base de RP d'A. <i>klaineana</i> , <i>C. schweinfurthii</i> , <i>D. edulis</i> et de Tébuconazole, et soumises ou non à un processus de lessivage.....	169

Liste des formules (Equations)

Équation 1: Calcul du pourcentage de gonflement du bois dans l'eau	23
Équation 2: Calcul du rendement des huiles essentielles.....	80
Équation 3: Calcul du rendement de la résine	80
Équation 4: Calcul du pourcentage de la croissance du champignon	85
Équation 5: Calcul de la perte de masse des papiers filtres.....	87
Équation 6: Calcul du taux de survie des termites.....	87
Équation 7: Calcul du gain de masse des éprouvettes.....	91
Équation 8: Calcul du taux de lessivage des éprouvettes	91
Équation 9: Calcul de la perte de masse des éprouvettes	93
Équation 10: Calcul de la perte de masse corrigée.....	93
Équation 11: Calcul de la perte de masse des éprouvettes non lessivées.....	95
Équation 12: Calcul de la perte de masse des éprouvettes lessivées.....	95
Équation 13: Calcul du gain de masse des éprouvettes.....	98
Équation 14: Calcul du taux de lessivage des éprouvettes	99

Contributions scientifiques

Communications orales et posters

« **Chemical composition, antitermite and antifungal activities of *Dacryodes edulis* oleoresin** ». BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCA Y Stephane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. 50th IRGWP Annual Meeting, 12-16 May 2019, Quebec, Canada (Communication orale).

« **Chemical compositions and anti-termite activities of essential oils from Gabonese *Canarium schweinfurthii* Engl, *Dacryodes buettneri* Engl and *Aucoumea klaineana* Pierre wood resins** ». BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCA Y Stephane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. 48th IRGWP Annual Meeting, 4-8 June 2017, Ghent, Belgium (Communication orale).

« **Chemical characterization and valorization of the resin (in three forms) of *Aucoumea klaineana* Pierre of Gabon in the preservation of the wood material** ». BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCA Y Stéphane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. Woodchem 2019, Nancy, 20-22 Novembre 2019 (Poster).

« **Efficacité de trois fractions de résines d'*Aucoumea klaineana* Pierre du Gabon associées au Tébuconazole pour la préservation du bois** ». BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCA Y Stéphane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. GDR Bois. Epinal, 18-20 Novembre 2019 (Poster).

« **Caractérisations chimiques et activités antitermites des fractions volatiles et lourdes de *Canarium schweinfurthii* (Aiélé) du Gabon** ». BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCA Y Stéphane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. GDR Bois. Cluny, 20-22 Novembre 2018 (Poster).

« **Caractérisation chimique et études des propriétés fongicides et termiticides des fractions volatiles et lourdes de la résine d'*Aucoumea klaineana* Pierre du Gabon** ». BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCA Y Stéphane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. Séminaire annuel 2018 Ecole Doctorale RP2E, Nancy, 13 février 2018 (Poster).

« **Compositions chimiques et activités antitermites d'huiles essentielles de résines de bois gabonaises *Canarium schweinfurthii* Engl, *Dacryodes buettneri* Engl et *Aucoumea klaineana* Pierre** ». BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCAY Stéphane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. Woodchem 2017, Nancy, 6-7 Décembre 2017 (Poster).

Article et proceeding

Article: **Anti-termite and antifungal bio-sourced wood preservation ingredient from *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam resin**. 2020. BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCAY Stéphane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. *Holzforschung*, <https://doi.org/10.1515/hf-2019-0106>.

Proceeding: **Chemical compositions, antitermite and antifungal activities of *Dacryodes edulis* oleoresin**. 2019. BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCAY Stéphane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. IRG/WP 19-20653.

Proceeding: **Chemical compositions and anti-termite activities of essential oils from Gabonese *Canarium schweinfurthii* Engl, *Dacryodes buettneri* Engl and *Aucoumea klaineana* Pierre wood resins**. 2017. BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre, CANDELIER Kévin, EDOU ENGONGA Prosper, DUMARCAY Stéphane, THEVENON Marie-France, GERARDIN Philippe. IRG/WP 17-10895.

Introduction générale

Introduction générale

Les matériaux « biosourcés » présentent une solution de premier choix pour réduire la production de gaz à effet de serre et lutter contre le réchauffement climatique. En effet, depuis plusieurs années, l'utilisation du bois en tant que matériau de construction pour la réalisation de bâtiments et ouvrages à haute qualité environnementale est en constante augmentation. En effet, le bois possède de nombreux avantages, sur le plan technique (faible conductibilité thermique, résistance mécanique, faible densité, ...) et sur le plan économique. Il bénéficie également d'une image de matériau « écologique » d'origine naturelle, provenant d'une ressource renouvelable, dont la mise en œuvre est peu consommatrice d'énergie. Cependant, de par sa formation naturelle, le matériau bois reste sensible aux facteurs environnementaux et aux agents biologiques de dégradation. Par conséquent, il est indispensable d'avoir recours à des systèmes de protection, afin de garantir une durée de vie optimale et conforme aux attentes des utilisateurs, des ouvrages en bois extérieurs.

L'amélioration de la durabilité du bois vis-à-vis d'agents de dégradation biologiques pour une utilisation en milieu extérieur en classe d'emploi 3 ou 4, s'effectue classiquement par imprégnation en profondeur de conservateurs synthétiques conférant au bois une meilleure durée de vie. La créosote, le lindane, la dieldrine, le pentachlorophénol ou l'arséniate de cuivre et de chrome (CCA) ont été utilisés par le passé pour protéger le bois et autres matériaux lignocellulosiques des attaques de termites et des agents de pourritures du bois. D'autres produits moins toxiques comme des pyrèthres, triazoles ou carbamates ont été proposés plus récemment. Cependant beaucoup de ces produits ont été interdits ou restreints d'utilisation en raison de leur toxicité pour l'homme et l'environnement ([Chang et al., 2001](#) ; [Iacobellis et al., 2004](#) ; [Cheng et al., 2007](#)).

Des traitements plus récents mais plus onéreux, basés sur des systèmes de cuivre en phase aqueuse associés à des fongicides organiques et/ou des ammoniums quaternaires, ont été mis au point et sont aujourd'hui principalement utilisés dans le pays de l'hémisphère nord ([Schultz et al., 2007](#)). Diverses solutions impliquant des traitements non biocides comprenant principalement des traitements thermiques ou des modifications chimiques du bois sont également proposées ([Gérardin, 2016](#)).

Une autre possibilité pourrait consister en l'exploitation des matières extractibles présentes naturellement dans les essences de bois à haute durabilité naturelle. Par conséquent, de nombreuses études ont porté sur des matières actives alternatives dérivées de matières

Introduction générale

premières naturelles et renouvelables (Verma *et al.*, 2009 ; Torres *et al.*, 2003 ; Onuorah, 2000 ; Céspedes *et al.*, 2005 ; Kadir *et al.*, 2014). Ces études se sont concentrées sur les matières extractibles du bois, dont certaines ont des propriétés comparables à celles des agents de conservation synthétiques (Isman et Machial, 2006). Certaines essences de bois résistent naturellement aux attaques des termites en raison de leur forte teneur en composés extractibles qui font partie de leurs systèmes naturels de défense (Verma *et al.*, 2009).

Ces mécanismes de défense sont typiquement effectués par la sécrétion de produits chimiques actifs (huiles, résines ou composés phénoliques), réduisant la capacité des termites à coloniser le bois et à digérer efficacement la cellulose (Osipitan et Oseyemi, 2012). De nombreuses études ont démontré qu'il est possible de valoriser les essences de bois à haute durabilité naturelle par l'extraction des composants actifs responsables de la durabilité (Sogabe *et al.*, 2000 ; Arihara *et al.*, 2004). D'autres auteurs ont montré que les huiles essentielles de différentes plantes possédaient des propriétés antitermites et antifongiques (Chang *et al.*, 2001 ; Arras *et al.*, 2001 ; Chang et Cheng, 2002 ; Sakasegawa *et al.*, 2003 ; Chebli *et al.*, 2003 ; Cheng *et al.*, 2003 ; Park et Shin, 2005, El Ajjouri *et al.*, 2010). Verma *et al.* (2009) rapportent que les huiles essentielles de différents arbustes étaient souvent toxiques pour le termite souterrain formosan *Coptotermes formosanus Shiraki*. Cheng et ses collaborateurs ont également démontré que les huiles essentielles de bois et de plantes avaient une très forte activité répulsive et toxique contre les termites souterrains du formosan en raison de la présence de composés volatils. Il a été prouvé que les monoterpènes végétaux sont très actifs contre les termites de *C. formosanus* (Cornelius *et al.*, 1997). D'autres produits naturels tels que les flavonoïdes (Boue et Raina, 2003), les sesquiterpènes (Arihara *et al.*, 2004 ; Kinyanjui *et al.*, 2000) et les thiophènes (Fokialakis *et al.*, 2006) isolés de différentes espèces d'arbres et de plantes ligneuses se sont également avérés efficaces contre les termites et champignons lignivores.

Aucoumea klaineana Pierre (Okoumé), *Canarium schweinfurthii* Engl (Aiélé), *Dacryodes buettneri* H.J. Lam (Ozigo) et *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam (Safoutier) de la famille des *Burseraceae* sont des essences endémiques au Gabon et sont très répandues dans les différentes régions géographiques du pays. Ces arbres produisent des oléorésines en quantité abondantes et contiennent de fortes proportions de composés aux propriétés antioxydantes

Introduction générale

in vitro, antibactériennes efficaces contre tout un ensemble de bactéries et antimicrobiennes dans leurs huiles essentielles (Obame *et al.*, 2007, 2008, 2009 ; Koudou *et al.*, 2005, 2009).

L'insuffisance ou l'absence de données scientifiques sur les propriétés termicides et fongicides des oléorésines des trois essences *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* du Gabon nous a conduit à nous y intéresser.

L'objectif général de ce travail porte sur la valorisation des huiles essentielles extraites à partir des oléorésines, ainsi que leurs résines brutes elles même pour leurs potentielles utilisations dans la synthèse de formulations de protection du matériau bois contre les termites et les champignons de pourritures, produits qui sont biodégradables et moins nocives vis-à-vis de l'environnement.

Les objectifs spécifiques de cette étude se focalisent sur les activités suivantes :

- ✓ La caractérisation chimique des différentes fractions des oléorésines d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* ;
- ✓ L'étude des activités antifongiques vis-à-vis de quatre types de pourritures du bois et antitermites contre l'espèce *Reticulitermes flavipes*, de ces différentes fractions de résines ;
- ✓ L'apport des différentes fractions des résines des quatre essences dans l'amélioration des performances de résistance des éprouvettes de bois contre les champignons de pourriture et les termites.
- ✓ L'effet de l'association de nos fractions avec le Tébuconazole dans l'amélioration des blocs de bois vis-à-vis de ces deux types d'agents de dégradation.

La présente thèse se subdivise en trois parties. La première partie traite de l'état de l'art, elle présente le bois et ses caractéristiques ainsi que les dégradations auxquelles il est soumis lors d'un usage en conditions extérieures, parle également du contexte forestier gabonais, puis des oléorésines et des huiles essentielles issues des différentes essences étudiées.

La deuxième partie, est quant à elle consacrée aux différents protocoles expérimentaux mis en place ainsi qu'aux matériels utilisés. Elle présente les extractions des différentes fractions et l'appareillage utilisé pour la caractérisation chimique, à savoir la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse, puis l'évaluation des propriétés antifongiques et antitermites des oléorésines d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* sur

Introduction générale

quatre champignons de pourritures du bois (*Coriolus versicolor* = *Trametes versicolor*, *Pycnoporus sanguineus*, *Poria placenta* = *Rodhonia placenta* et *Coniophora puteana*) et des termites (*Reticulitermes flavipes*). Cette partie présente également le traitement du bois par imprégnation des différentes fractions des quatre essences et leur mise en contact avec des agents de dégradation du bois donc les termites et les souches fongiques en nous inspirant des normes européennes. Elle traite à la fin, de l'étude de l'apport de l'association du Tébuconazole à trois de nos fractions sur les blocs de bois vis-à-vis des agents de dégradation. Certains blocs de bois imprégnés suivent le processus de lessivage, en respectant également une norme.

Enfin, la troisième partie présente les résultats et discussions concernant les analyses chimiques des différentes fractions des quatre essences, leurs activités antifongiques et antitermites, les améliorations qu'elles apportent sur la durabilité des blocs de bois traités vis-à-vis des agents de dégradation et l'effet de l'association de ces fractions avec le Tébuconazole sur le bois traité, lessivé ou non, contre les champignons et les termites.

Au terme de ce manuscrit, une conclusion générale propose une synthèse de l'ensemble des résultats des différents tests réalisés lors de nos travaux ainsi que les perspectives à venir liées à l'utilisation des oléorésines dans le domaine de la préservation du bois.

En annexe 1, se trouve un article publié dans le journal *Holzforschung*, présentant les résultats des différents tests, à partir des trois fractions de *Dacryodes edulis*, sur les termites et les champignons de pourriture.

Partie 1 : Etat de l'art

I. Le bois : structure, durabilité et biodégradation

Le bois est un matériau d'origine végétale, composé de tissus cellulaires présentant des tissus hétérogènes et organisés. Les deux grands groupes d'arbres (résineux et feuillus) se distinguent très nettement à l'échelle anatomique. Du point de vue chimique, le bois est essentiellement constitué de trois familles de macromolécules (cellulose, hémicelluloses et lignine) et d'extractibles dans une moindre quantité.

Toutefois, malgré ses nombreuses qualités, le bois est un matériau sensible aux agents biologiques de dégradation. Ces agents, qu'ils soient des insectes xylophages, à l'état de larves ou d'adultes, ou des champignons, dégradent la cellulose, les hémicelluloses et la lignine afin d'assurer leur développement. Les dommages qui en résultent se traduisent par une perte des propriétés esthétiques et/ou mécaniques du matériau.

La durabilité naturelle du bois correspondant à son aptitude à résister à la biodégradation en l'absence de tout traitement de préservation est extrêmement variable d'une essence à l'autre. Elle dépend de plusieurs paramètres. Il existe une relation entre la teneur en extractible et la densité du bois et sa durabilité naturelle. L'emploi du bois dans une situation donnée est étroitement lié à sa durabilité naturelle et un traitement peut être superflu.

La préservation du bois se fait par plusieurs procédés de traitement et types de produits chimiques, selon les applications et le niveau de protection requis. Dans ce chapitre, nous présenterons d'abord les caractéristiques du bois et les risques auxquels celui-ci est exposé lors d'une utilisation en milieu extérieur. Ensuite, nous exposerons les différents produits de préservation utilisés pour conférer une durabilité au bois en usage extérieur, puis les alternatives proposées à ces produits faisant suite à la mise en place de la Directive Biocide en 1998 par l'Europe. Enfin les utilisations des extractibles et huiles essentielles comme agent de préservation du bois seront présentées à la fin du chapitre.

I.1. La structure anatomique du bois

L'arbre est organisme du règne végétal, appartenant à l'embranchement des spermatophytes (plantes à graines). Ces spermatophytes ligneux se distinguent par deux sous-embranchements, à savoir les gymnospermes (graines nues) et les angiospermes (graines incluses à l'intérieur

d'un fruit), plus communément appelées feuillus et résineux. Le bois constitue en lui seul, la plus grande partie du tronc et des branches de l'arbre. D'après la norme NF B 50-003, le bois est un « ensemble de tissus résistants secondaires (de soutien, de conduction et de mise en réserve) qui forment les troncs et racines des plantes ligneuses ».

I.2. La structure macroscopique du bois

Un arbre est composé de racines, d'un tronc et d'une couronne (c'est-à-dire les branches, les rameaux et les feuilles). Les racines sont des structures souterraines responsables de l'absorption d'eau et des nutriments minéraux dans l'arbre. Elles permettent un ancrage mécanique poussé et le stockage des composés biochimiques. Nous nous intéresserons en particulier au tronc qui, notamment, exerce trois fonctions ; la conduction de la sève brute des racines vers les branches, le soutien de l'ensemble de l'arbre contre son poids et des forces extérieures telles que les intempéries, et la réserve des substances nutritives comme l'amidon ([Wood Handbook, 1999](#) ; [Rowell, 2012](#)).

La section d'un tronc d'arbre (figure 1) est hétérogène, par la présence de différents tissus du cœur de l'arbre jusqu'à sa périphérie.

- ✓ Le duramen, ou bois de cœur, est constitué majoritairement de cellules privées de fonction biologique qui forment la masse principale de l'arbre et assurent son maintien. La paroi des cellules du duramen est imprégnée de tanins et de colorants qui lui confèrent une couleur plus foncée et dont la nature est variable en fonction de l'essence. Le duramen est la partie du bois la plus résistante vis-à-vis des agents biologiques de dégradation ([Bamber, 1987](#) ; [Rowell, 2012](#)).
- ✓ L'aubier est la portion la plus claire, et constitue la partie vivante du bois. Les cellules y sont métaboliquement actives et permettent de transporter la sève brute des racines jusqu'aux feuilles. De plus, l'aubier contient des éléments nutritifs nécessaires au développement de certains agents biologiques qui dégradent le bois ([Rowell, 2012](#) ; [FCBA 2013](#)).
- ✓ Le cambium est la partie de l'arbre où se produit la croissance par le phénomène de la division des cellules génératrices afin d'accroître le diamètre de l'arbre. Cette couche cellulaire est invisible à l'œil nu et produit des cellules à la fois vers l'intérieur de l'arbre (aubier) et vers l'extérieur de l'arbre (le liber) ([Rowell, 2012](#) ; [FCBA 2013](#)).

Partie 1 : Etat de l'art

- ✓ L'écorce, partie extérieure du tronc, assure la protection de l'ensemble du bois. Elle est constituée du liber, qui est un tissu où circule la sève (substances nutritives) élaborée à partir des feuilles vers les racines, et est également composée de liège ou suber, qui a un rôle de protection (Rowell, 2012 ; FCBA 2013).

Entre l'aubier et le liber se trouve le cambium, qui est un méristème secondaire. Le cambium permet la formation de nouvelles cellules de bois vers l'intérieur et de nouvelles cellules de liber vers l'extérieur. L'origine des cernes produits annuellement provient de l'anneau cambial qui assure l'accroissement en diamètre d'un arbre. La croissance saisonnière du cambium, en zone tempérée est plus active au printemps ou en été qu'en automne ou en hiver.

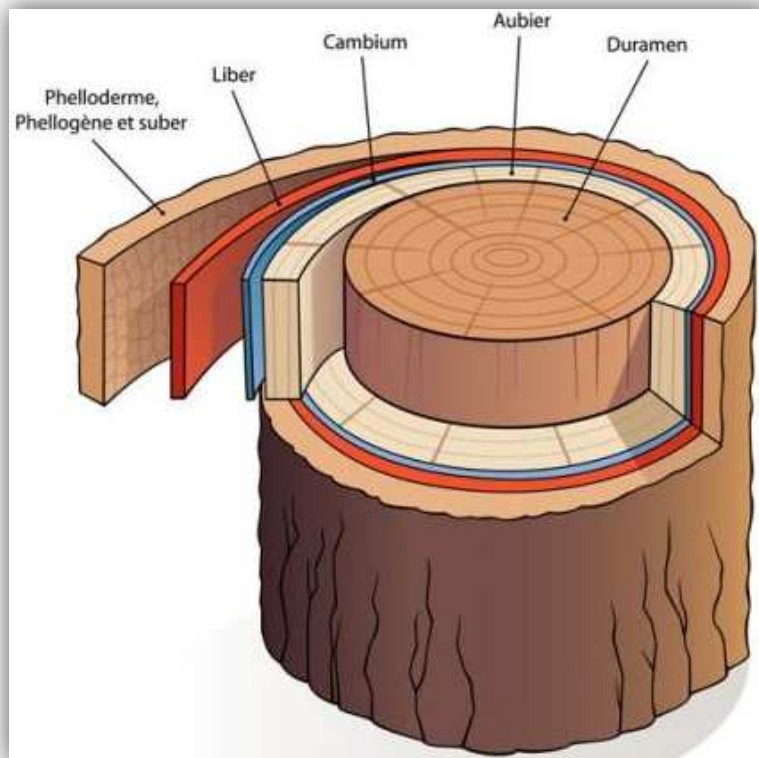


Figure 1: Coupe transversale d'un tronc d'arbre

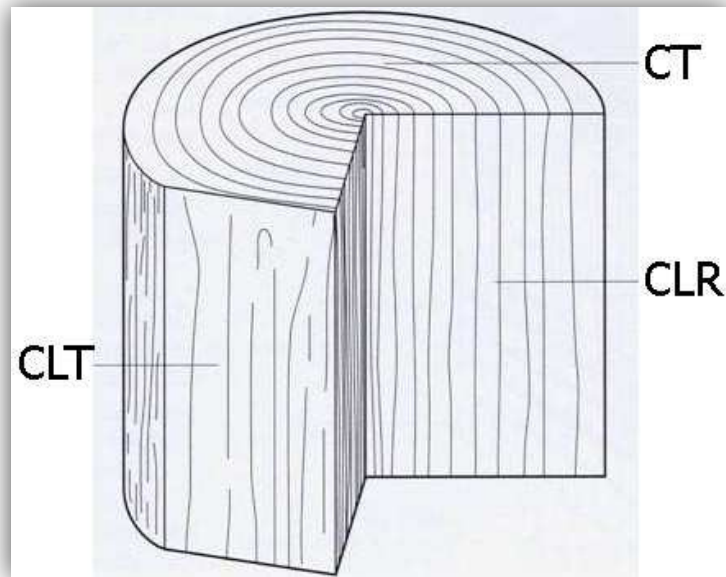


Figure 2: Description des trois plans de coupe : transversal (CT), longitudinal radial (CLR) et longitudinal tangential (CLT)

Les résineux et les feuillus ont des structures anatomiques différentes. Chez les feuillus, les cellules spécialisées assurent différentes fonctions : les fibres libriformes et les fibres trachéides assurent la résistance mécanique, tandis que les vaisseaux assurent le transport de la sève brute. Chez les résineux, les cellules de parenchyme et des trachéides forment un plan ligneux homogène. Les trachéides, représentent 90% des cellules, ils assurent les fonctions de soutien mécanique et de conduction de la sève.

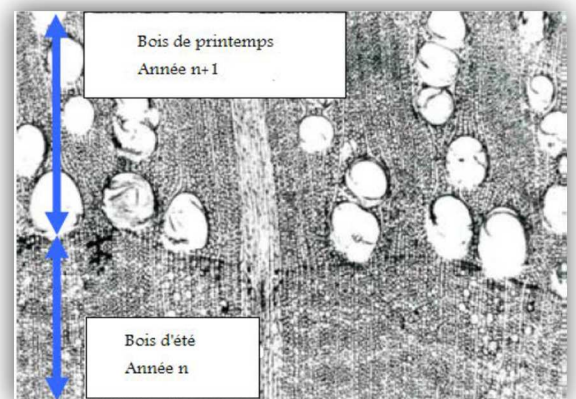
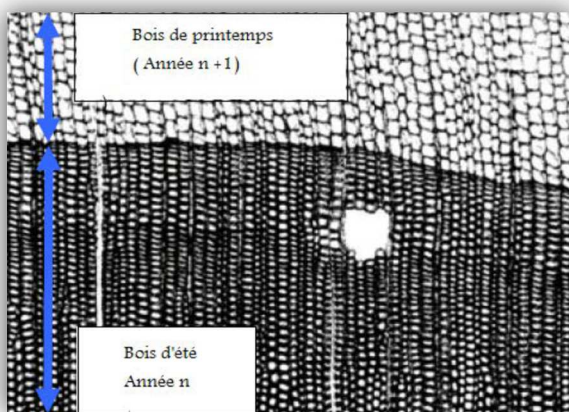


Figure 3: Observation microscopique de coupes transversales de bois de chêne (droite) et de Pin sylvestre (gauche) (Pignolet, 2008)

I.3. Ultrastructure d'une cellule de bois et parois cellulaires

Le bois est un empilement de cellules, ces cellules sont constituées d'une paroi cellulaire et d'un espace vide appelé lumen. Cette paroi cellulaire se subdivise en plusieurs couches (figure 4) : la lamelle moyenne ou couche intercellulaire qui soude les cellules entre elles, et la paroi cellulaire, qui est subdivisée en parois primaire et secondaire.

- ✓ La couche intérieure de la lamelle moyenne est la paroi primaire (0,1 μm d'épaisseur). Cette paroi, constituée par une orientation aléatoire de microfibrilles de cellulose, est fine et généralement non-distinguable de la lamelle moyenne. Son épaisseur varie de 0,5 à 1,5 μm , elle est plus mince dans le bois initial que dans le bois final
- ✓ La paroi secondaire est composée de trois couches, se différenciant principalement par la différence d'angle que fait l'hélice des microfibrilles par rapport à l'axe principale de la cellule. En fonction de la disposition des couches, le volume de lumen diminue progressivement. La première couche de paroi secondaire est adjacente à la lamelle moyenne (figure 4, S₁). Cette couche est fine et caractérisée par un angle large des microfibrilles (50-70°). La seconde couche S₂, formée à l'intérieur de la première, détermine les propriétés des cellules ainsi que celles du bois à l'échelle macroscopique. Cette couche est caractérisée par un faible taux de lignine et un angle faible des microfibrilles supérieur à 70° et possède le plus faible pourcentage de lignine ([Wood Handbook, 1999](#) ; [Rowell, 2012](#)).

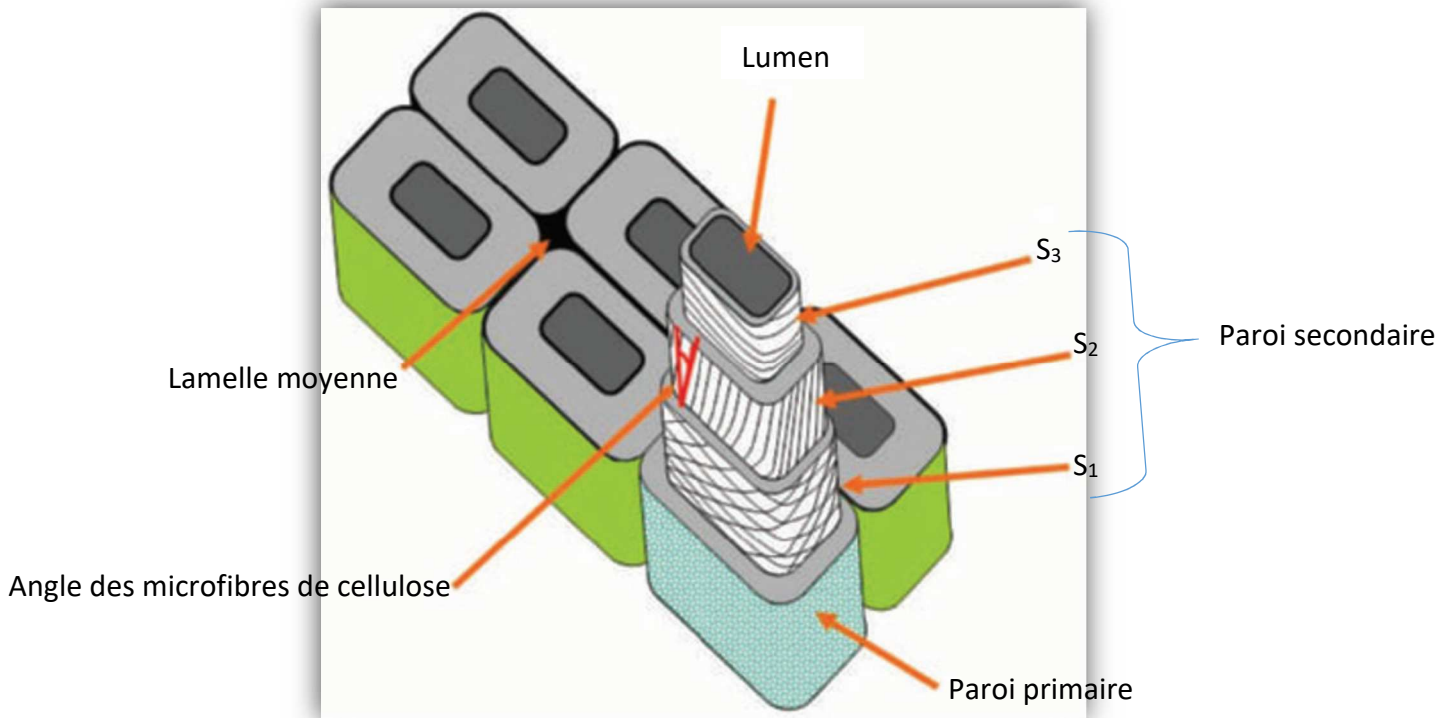


Figure 4: Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire (Kretschmann, 2003)

I.4. Composition chimique du bois

La composition chimique du bois présente une grande hétérogénéité. Sa paroi cellulaire est constituée de polysaccharides (cellulose, hémicelluloses et pectines) et de polymères phénoliques (lignines) dont la composition varie entre les essences (feuillus et résineux). En effet, chez les résineux, la teneur en lignine est plus élevée que chez les feuillus (tableau 1). A part ces macromolécules, on y trouve également d'autres substances, telles que les tannins, des résines, des cires et des sels minéraux (calcium, magnésium et sodium).

Tableau 1: Composition macromoléculaire des espèces résineuses et feuillues en pourcentage massique

Composé	Résineux	Feuillus
Cellulose	40-45%	38-49%
Hémicellulose	7-14%	19-26%
Lignine	26-34%	23-30%
Extractibles	<2%	<2%

I.4.a. La cellulose

La cellulose est le biopolymère le plus abondant à la surface de la terre. La cellulose découverte par Anselme Payen en 1838, a fait l'objet de plusieurs études, notamment de multiples aspects physiques et chimiques. Il s'agit d'un polymère linéaire de haut poids moléculaire composé d'unité β -D-glucopyranose liées par des liaisons covalentes glucosidique (1 \rightarrow 4). La cellulose est formée de motifs de cellobiose constitués de deux unités de sucre (figure 5). Le degré de polymérisation (DP) diffère selon l'origine de la cellulose ; sa valeur peut varier de quelques centaines à quelques dizaines. Pour exemple, le coton a un DP d'environ 10 000 et celui du bois est inférieur à 5000 (Klemm *et al.*, 1998 ; Navi et Heger, 2005).

Les molécules de cellulose sont aléatoirement orientées et ont tendances à former des liaisons

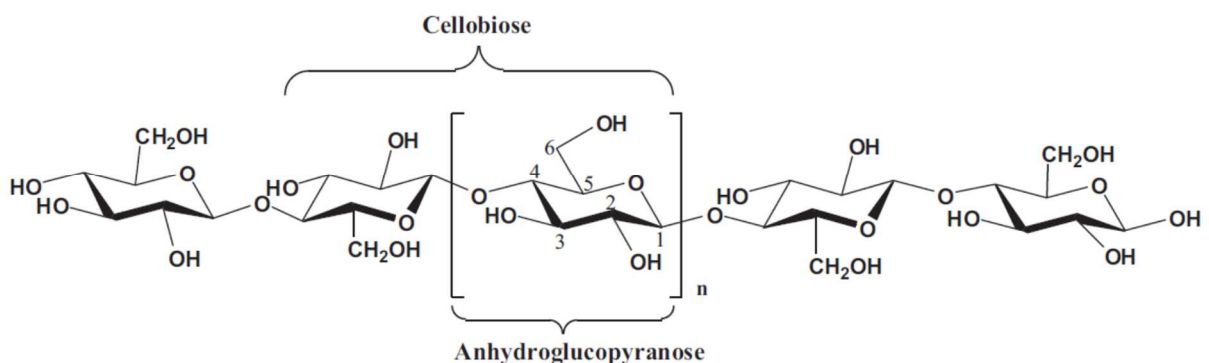


Figure 5: Structure de la cellulose

hydrogènes intra et intermoléculaires (figure 6). Lorsque la densité de molécules de cellulose augmente, des régions cristallines se forment. Ainsi, seuls les hydroxyles de surface de la cellulose cristalline sont accessibles pour l'eau et les micro-organismes. A l'inverse, la majorité

de la cellulose non-cristalline est accessible, cependant une partie est recouverte à la fois par de l'hémicellulose et par de la lignine, ce qui réduit son accessibilité (Rowell, 2012).

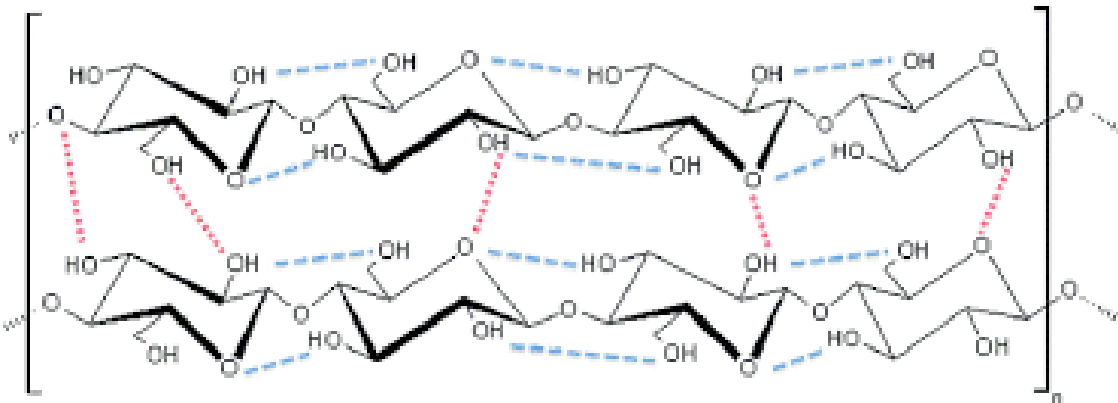


Figure 6: Liaisons hydrogène intra et intermoléculaires de la cellulose

I.4.b. Les hémicelluloses

Les hémicelluloses représentant 15 à 30% du bois selon l'essence considérée sont des familles d'hétéropolysaccharides constitués de différents hexoses et pentoses (principalement et respectivement, glucose, mannose, galactose et xylose, arabinose) et d'acides uroniques. Ils présentent un degré de polymérisation moyen de l'ordre de la centaine (150-200). Les bois de feuillus contiennent plus d'hémicelluloses que les résineux, relativement à leur taux de lignine et de types différents : 15 à 30% de glucuronoxylanes (xylanes) et de 2 à 5% de glucomannanes (E. Sjöström, 1993). Les glucuronoxylanes sont des chaînes de β -D-xylopyranoses, d'un degré de polymérisation avoisinant 200, et très acétylées (7 groupes acétyles par unité de xyloses) et d'un résidu d'acide glucuronique O-méthylé pour 10 unités de xylose (E. Sjöström, 1993). Les hémicelluloses des résineux sont des chaînes d'environ 20% de galactoglucomannanes et de 5 à 10% d'arabinoglucuronoxylanes. Leur base est composée de β -D-glucopyranose et d'unités de β -D-mannopyranose. Deux types sont alors décrits par rapport à leur ratio galactose : glucose : mannose, qui peut être de 0.1:1 :4 ou de 1 :1 :3. Les groupes Oacétyle sont présents avec une moyenne de 1 pour 3-4 unités (E. Sjöström, 1993). Les figures 7 au 9 montrent les principales structures des hémicelluloses.

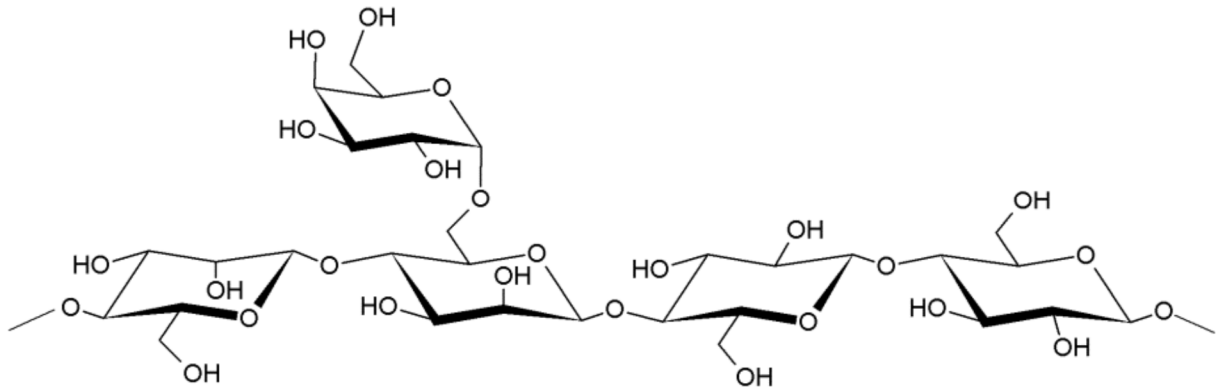


Figure 7: Structure principale des résineux : galactoglucomannane (15-20%) (hexosane)

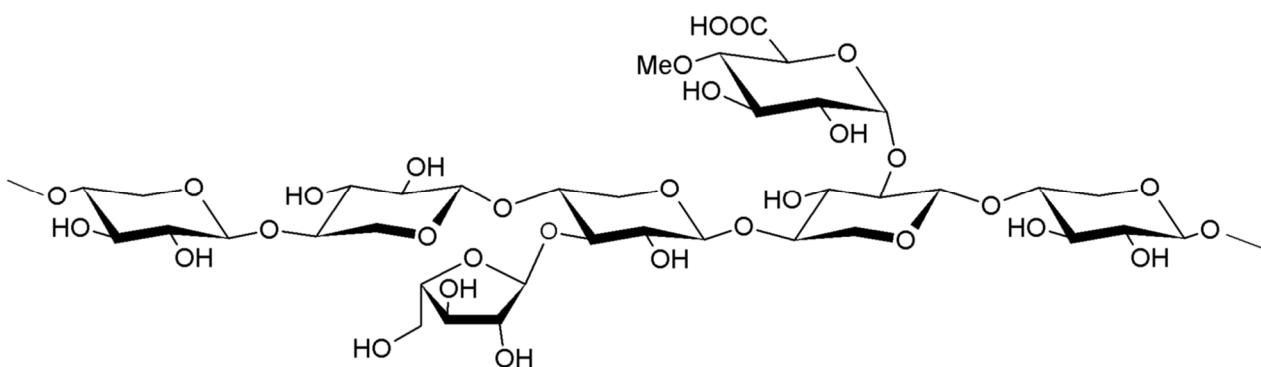


Figure 8: Structure partielle des résineux : Ara-4-O-MeGluA-Xylan (8-12%) (pentosane)

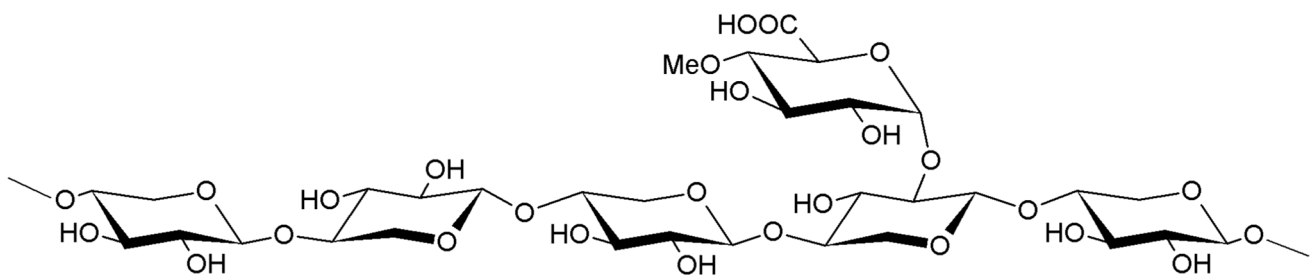


Figure 9: Structure principale des feuillus : Acetyl-4-O-MeGluA-Xylan (20-30%) (pentosane)

I.4.c. Les lignines

La lignine est un polymère hétérogène amorphe dérivé des monomères de phénylpropane. Les précurseurs de la lignine sont l'alcool p-coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique (figure 10). Ces précurseurs donnent lieu aux macromolécules de lignine suite à une réaction de polymérisation oxydante aléatoire catalysée par différents enzymes. La contribution de chaque précurseur varie en fonction des essences. La lignine des

Partie 1 : Etat de l'art

gymnospermes (résineux) de type G (guaïacyle) est basée seulement sur l'alcool coniférylique, tandis que la lignine des angiospermes (feuillus) de type G/S (guaïacyle / syringyle) est basée sur les deux alcools coniférylique et sinapylique. Les résineux contiennent de 25 à 35% de lignine, tandis que les feuillus en contiennent de 18 à 35%. Une représentation de la structure de la lignine des bois résineux est proposée dans la figure 11.

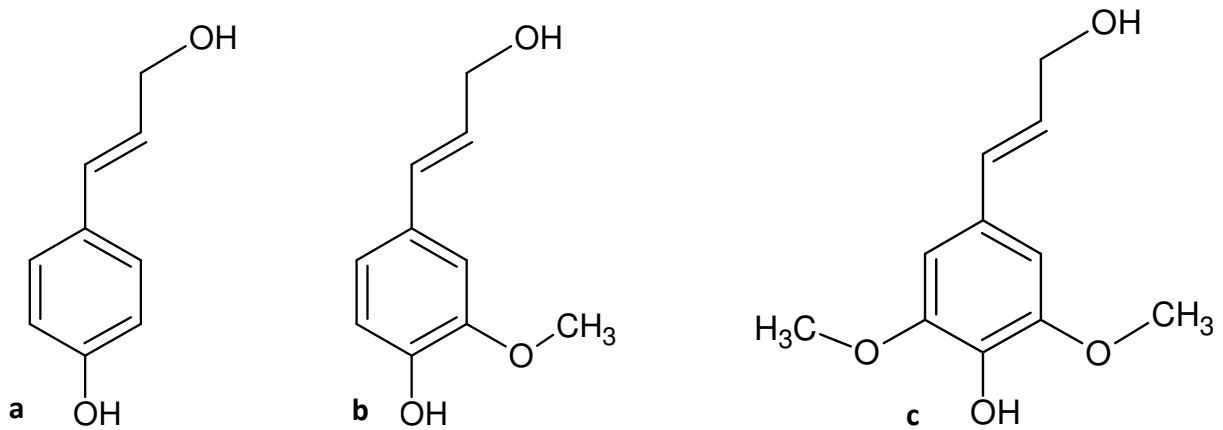
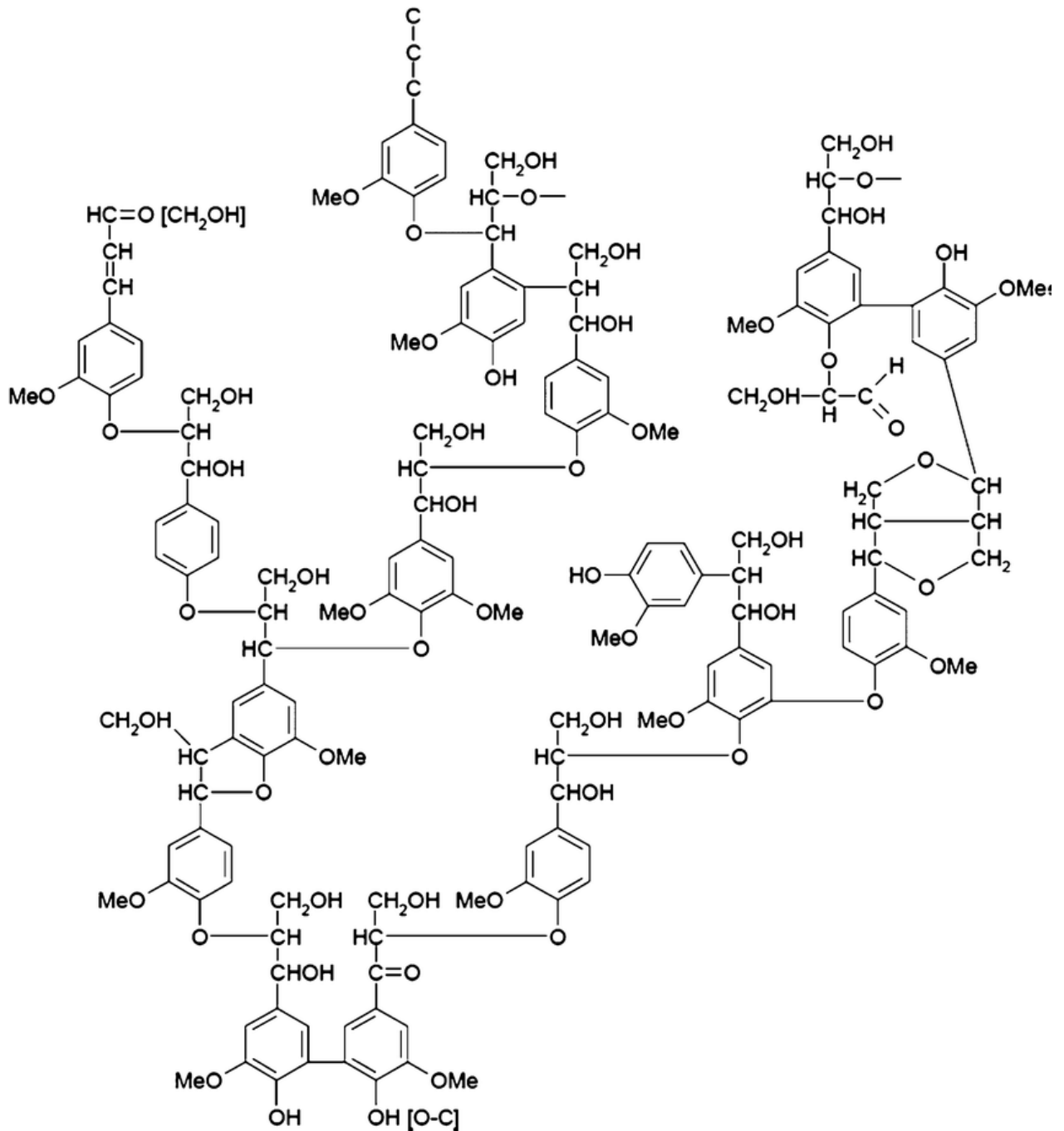


Figure 10: Précurseurs de la lignine. a : alcool p-coumarylique, b : alcool coniférylique et c : alcool sinapylique



I.4.d. Les extractibles

Les extractibles sont des composés chimiques présents dans le bois et pouvant être extraits en utilisant différents solvants de polarité croissante tels que l'éther de pétrole, l'éthanol, le mélange toluène/éthanol, l'acétone et l'eau. Par la suite l'éthanol et l'eau vont dissoudre les composants relativement polaires tels que les flavonoïdes des composés phénoliques, des glucosides des tannins condensés, des sucres, etc. Les extractibles confèrent au bois sa

couleur, son odeur, sa durabilité naturelle, des propriétés esthétique, mécanique et acoustique ; ils peuvent aussi influencer la transformation du bois, notamment les étapes de collage ou de finition.

I.4.d.1. Les terpènes et terpénoïdes

Ces composés sont constitués d'un nombre entier d'unités isoprènes à cinq carbones (C_5H_8) ; il s'agit alors d'oligomères de l'isoprène, linéaire ou cyclique, qui peuvent être fonctionnalisés. On peut voir la structure de l'isoprène dans la figure 12.

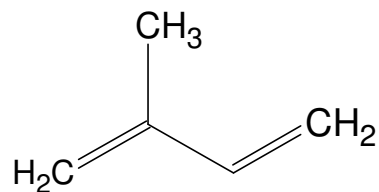
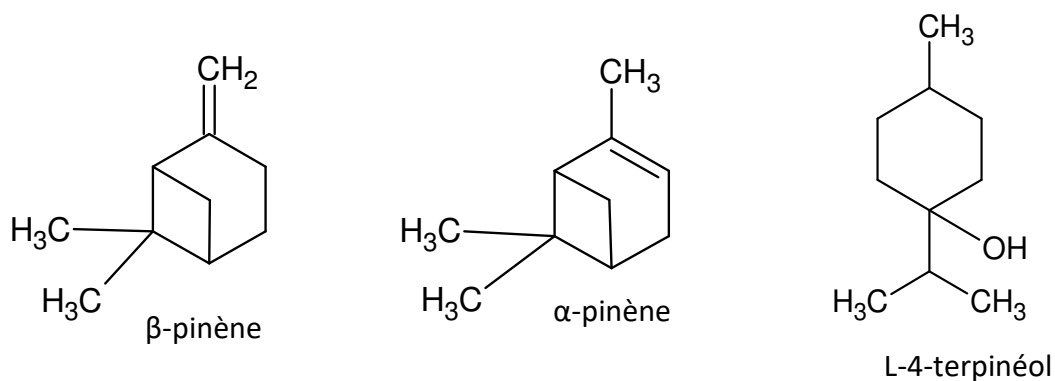


Figure 12: Structure de l'isoprène

Les terpènes sont des hydrocarbures purs, alors que les terpénoïdes sont substitués de groupements fonctionnels : alcool, aldéhyde, cétone, acide carboxylique. Ces composés jouent un rôle important dans la défense des arbres contre les micro-organismes et la résistance générale aux maladies. Les produits terpéniques sont réputés pour leurs propriétés de défenses contre les micro-organismes et leur intérêt dans le domaine pharmaceutique (Stevanovic, 2007). On peut voir les structures des principaux extractibles lipophiles (β -pinène, α -pinène, L-4-terpinéol, acide abiétique et pimarique) dans la figure 13.

Les terpènes



Les acides résiniques

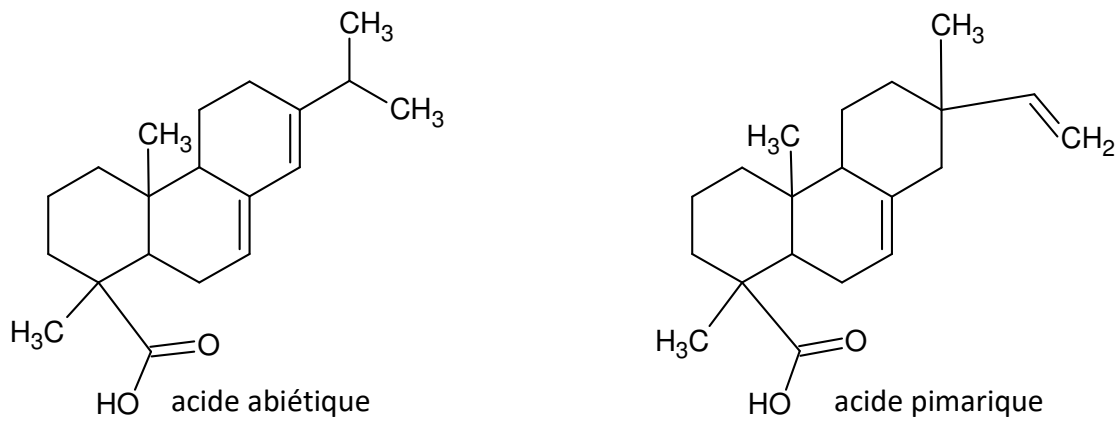


Figure 13 : Structures des principaux extractibles lipophiles

I.4.d.2. Les cires et glycérides

Ce sont des esters d'acides gras, de glycérol (glycérides) et d'alcools à longues chaînes (cires). Ils ont une teneur de l'ordre de 0,1% par rapport à la masse sèche chez *Picea abis* et *Pinus sylvestris*. Le taux d'acides gras est plus élevé chez les feuillus que chez les résineux (Fengel et Wegener, 1984).

I.4.d.3. Les composés phénoliques

Les phénols de faibles poids moléculaires tels que la vanilline, le coniféraldéhyde, le guaïacyglycérol, le paraéthylphénol et le parahydroxybenzaldéhyde, sont des phénols simples présents en faible quantité (Jodin, 1994).

Le stilbène (1,2-diphényléthène), ou généralement les stilbènes sont responsables du rôle fongicide et de protection contre les insectes. Ces molécules influencent les propriétés technologiques du bois, il est par exemple impossible de produire une pâte chimique par le procédé sulfite acide à partir du bois de Pin.

Les lignanes sont des dimères naturels du phénylpropane. Le bois de nœud de résineux en contient une quantité spécialement importante (Holmbom *et al.*, 2003).

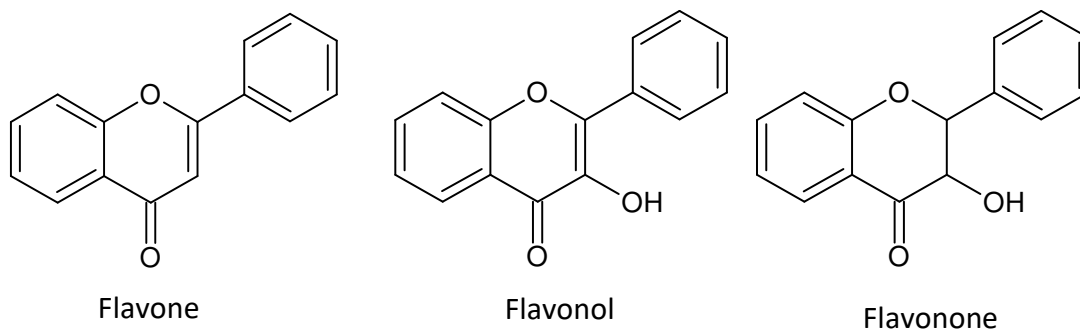
Les flavonoïdes sont des composés carbonés (14 atomes de carbones), constitués de deux cycles benzéniques reliés par une chaîne carbonée de 3 atomes. Cette chaîne de trois carbones (pont) entre les deux phényles est généralement intégrée dans les hétérocycles de type pyrone ou pyrane. On distingue plusieurs sous-groupes de flavonoïdes à savoir : les flavones, les flavonols, les flavanones (figure 14), les flavanes, les isoflavanes, les anthocyanes, pour ne

citer que ceux-là, selon le degré d'insaturation ou d'oxydation de l'hétérocycle. Ce sont des antioxydants puissants qui agissent par différents mécanismes, notamment par capture des radicaux libres et par chélation des ions métalliques.

I.4.d.4. Les tannins

Les tanins sont des composés polyphénoliques utilisés par les plantes pour se défendre des insectes et des champignons. On différencie deux grandes classes : les hydrolysables et les condensés, selon leur comportement vis-à-vis des agents hydrolytiques.

Les tanins hydrolysables sont constitués de produits phénoliques simples : des esters d'acide gallique et ses dimères (acide digallique et acide ellagique), et de monosaccharides (surtout le glucose). Les tanins hydrolysables sont souvent divisés en gallotanins, conduisant à de l'acide gallique après hydrolyse ou en ellagitanins libérant de l'acide ellagique après hydrolyse (Doat, 1978 ; Hagerman, 2002). Les tanins condensés quant à eux sont des polymères polyphénoliques ayant une structure flavonoïde comme monomères précurseurs. Ils sont constitués principalement d'unités de flavanes-3-ols et des flavanes-3,4-diols liées entre elles par des liaisons carbone-carbone (Doat, 1978 ; Hagerman, 2002). Les différentes structures des principaux extractibles sont dans la figure 14.



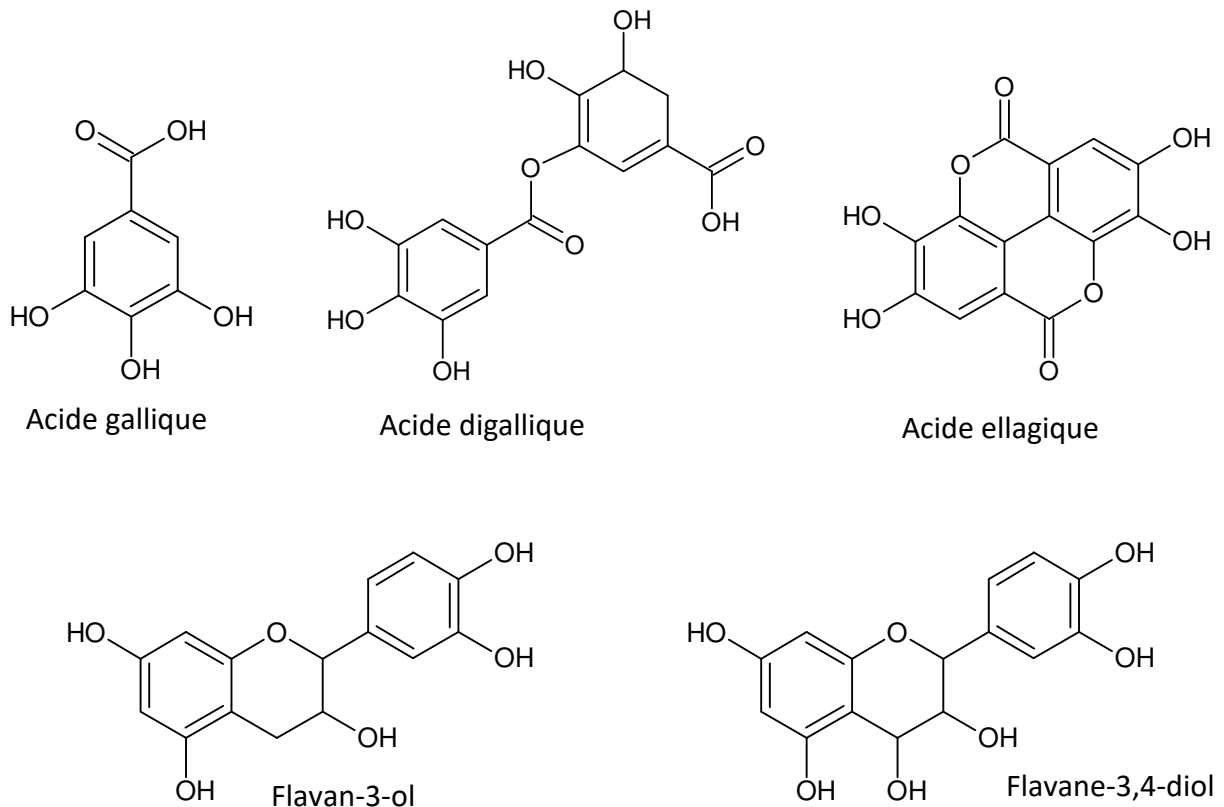


Figure 14: Structure des principaux extractibles phénoliques et polyphénoliques

I.4.d.5. Les constituants inorganiques

Après combustion totale du bois à une température allant de 600°C à 850°C, les minéraux peuvent être analysés. Les bois provenant de zones climatiques tempérées ont des taux de cendre compris entre 0,2% et 0,5%. Les principaux éléments minéraux sont les métaux alcalins et alcalino-terreux : le calcium, le magnésium et le potassium, qui représentent 80% de tous les constituants inorganiques. Leur composition varie beaucoup d'une espèce à l'autre et dépend des conditions environnementales.

I.5. Interactions entre le bois et l'eau

Le bois est un matériau hétérogène présentant une structure organisée pour l'ensemble des espèces. Les polymères lignocellulosiques qui le composent sont à l'origine des propriétés du bois. Leurs dégradations en milieu extérieur entraîneront une altération de ces propriétés. Il est donc essentiel de connaître les interactions entre les composants du bois et le milieu extérieur.

I.5.a. Accessibilité des groupements hydroxyles

Les groupements hydroxyles associés aux composés polymères de la paroi cellulaire sont très importants dans la détermination des propriétés du bois. Ces groupements peuvent former des liaisons hydrogènes, notamment avec des molécules d'eau qui favorisent les attaques biologiques (Hill, 2007).

Une forte proportion d'hydroxyles de la cellulose est impliquée dans les liaisons hydrogènes entre les polymères cellulosiques sous la forme de phase cristalline. Ces groupes hydroxyles sont alors considérés comme étant inaccessibles et ne peuvent pas être impliqués dans les liaisons hydrogènes avec les molécules d'eau (cf. Cellulose). Ceux de la surface des microfibrilles quant à elles sont accessibles et peuvent interagir avec des molécules d'eau (Hill, 2007).

I.5.b. Point de saturation

Le bois contient de l'eau sous différentes formes : l'eau libre qui transporte les substances et l'eau liée qui permet à la sève de monter jusqu'aux feuilles par osmose. Le taux d'humidité d'un bois correspond à la quantité totale d'eau liée par les hydroxyles dans la paroi cellulaire et d'eau libre située dans le lumen.

Le point de saturation des fibres (PSF) est défini comme étant la quantité d'humidité présente dans la paroi cellulaire quand il n'y a pas d'eau libre dans les pores (lumen) et lorsque la paroi cellulaire est saturée en eau. Le point de saturation des fibres est compris entre 20 et 50% suivant l'essence (Hill, 2007 ; Rowell, 2012).

I.5.c. Retrait et gonflement du bois

Les dimensions du bois restent les mêmes jusqu'à atteindre le point de saturation des fibres (PSF), lorsque l'humidité est diminuée. En dessous du point de saturation des fibres, un retrait de la paroi cellulaire est observé et ce, jusqu'à ce que le bois soit sec. Le lumen conserve la même dimension qu'à l'initial, alors que les dimensions de la paroi cellulaire varient avec la diminution du taux d'humidité (Rowell, 2012).

A l'inverse, lorsque le taux d'humidité augmente, un gonflement du bois est observé sur les variations dimensionnelles du lumen et de la paroi cellulaire. Les dimensions du bois peuvent rester les mêmes avec la taille du lumen qui afin d'absorber l'humidité, ou bien seule la paroi gonfle, ou à la fois la paroi cellulaire et le lumen augmentent de volume (Rowell, 2012).

Ainsi, les dimensions changent en fonction de l'humidité relative (HR) autour du bois. Quand le bois est en équilibre avec l'humidité environnante, le bois est défini comme ayant une teneur en eau à l'équilibre. La stabilité dimensionnelle est alors reportée par le pourcentage de gonflement (G), dont l'équation 1 est la suivante (Hill, 2007).

$$G (\%) = [(V_{BG} - V_{BS}) / V_{BS}] \times 100$$

Équation 1: Calcul du pourcentage de gonflement du bois dans l'eau

avec V_{BG} le volume du bois gonflé par l'eau et V_{BS} le volume du bois sec

Il peut également être étudié avec les solvants organiques. La connaissance de l'humidité du bois est importante car c'est un facteur qui peut être soit favorisant ou limitant pour le développement des organismes biologiques.

I.6. Dégradation du bois par les agents biologiques

Le bois, exposé dans l'environnement naturel, est potentiellement sensible aux agents dégradations biologiques, dont la nature varie selon l'usage, l'exposition et la zone géographique d'utilisation. Le développement des organismes biologiques dépend de façon considérable de la température et du taux d'humidité nécessaire à leur croissance développement. La présence d'agents biologiques peut entraîner des dégradations plus ou moins importantes qui sont principalement à l'origine de pertes des propriétés esthétiques et/ou mécaniques du bois.

Nous parlerons des principaux agents de dégradation du bois lors d'un usage en conditions extérieures.

I.6.a. Les champignons

Deux catégories sont distinguées : les champignons lignicoles et les champignons lignivores. Les champignons lignicoles se développent sur le bois sans provoquer des dégâts dans sa structure intégrante mais peuvent engendrer des décolorations sur le bois mis en œuvre. Ces champignons se nourrissent des substances contenues dans les cellules du bois telles que l'amidon ou les protéines. Les champignons lignivores quant à eux possèdent des enzymes pouvant dégrader un ou plusieurs composants de la paroi cellulaire altérant alors les propriétés mécaniques du bois (FCBA, 2013).

Les champignons peuvent se développer sous plusieurs formes. La forme végétative, celle où le champignon se développe en absence de lumière, c'est un ensemble de filaments (hyphes) formant un mycélium d'aspect poudreux ou cotonneux. Les formes reproductrices, ou fructifications, apparaissent si le champignon est exposé à la lumière ou à un « stress » et si les conditions optimales de développement sont réunies. Le développement des champignons est influencé par de nombreux paramètres tels que la température, l'humidité et l'O₂.

I.6.b. Les moisissures

Les moisissures sont des champignons filamenteux microscopiques, susceptibles de coloniser des substrats très différents tels que les produits alimentaires, les textiles, les papiers, le bois, etc. Elles peuvent être néfastes en altérant les propriétés de surface du substrat qu'elles colonisent. Lorsque les conditions d'humidité et de température favorables sont réunies, ces moisissures peuvent produire des métabolites secondaires (Mateo *et al.*, 2002 ; Alborch *et al.*, 2011).

Leurs principaux représentants appartiennent aux genres *Aspergillus* sp, *Penicillium* sp et *Trichoderma* sp. Les préjudices qu'ils causent au bois coliné sont en général peu néfastes. Les moisissures (figure 15) colonisent le bois dans les premiers stades d'une attaque par des Basidiomycètes (Ascomycètes ou Deutéromycètes) qui se nourrissent principalement d'amidon et de polysaccharides contenus dans le parenchyme et facilement assimilables.



Figure 15: Moisissures sur le bois

I.6.c. Les champignons de bleuissement

Ce sont des champignons qui s'attaquent aux arbres fraîchement abattus et au bois vert (non séché) ; le bois est coloré en gris bleu, avec rayons médullaires noirs, pouvant varier du gris ardoisé au noir ardoisé, selon l'agent causal. Ils sont aussi capables de se développer sur le bois d'œuvre réhumidifié ou insuffisamment séché (menuiseries extérieures par exemple). Leurs représentants principaux sont *Ceratocystis sp* sur grumes et sciages, et *Pullularia pullulans* sur bois en œuvre.

Ce n'est pas le bois lui-même qui est coloré mais les filaments mycéliens imbriqués dans les cellules du bois. En raison d'un phénomène de diffraction de lumière, les filaments du champignon dans les cellules du bois passent d'une couleur brune foncée à une coloration bleutée (Van, 1996).

Le bois altéré par des agents de bleuissement (figure 16) garde l'intégralité de ses propriétés mécaniques (Faraji, 2005).



Figure 16: Coloration bleu/gris sur le bois de charpente due à la présence d'agents de bleuissement

I.6.d. Les échauffures

Une échauffure n'est pas une simple décoloration, et doit être considérée comme une pourriture en phase initiale. Ces organismes fongiques constituent la charnière entre les agents de décoloration et les agents de pourritures. Si l'altération qu'ils occasionnent n'est qu'esthétique à ses débuts ; dans des conditions favorables, ces champignons deviennent lignivores, et les propriétés mécaniques du bois sont altérées de manières plus ou moins

importantes. Elles sont provoquées par des champignons Basidiomycètes du genre *Stereum* (Faraji, 2005), figure 17.

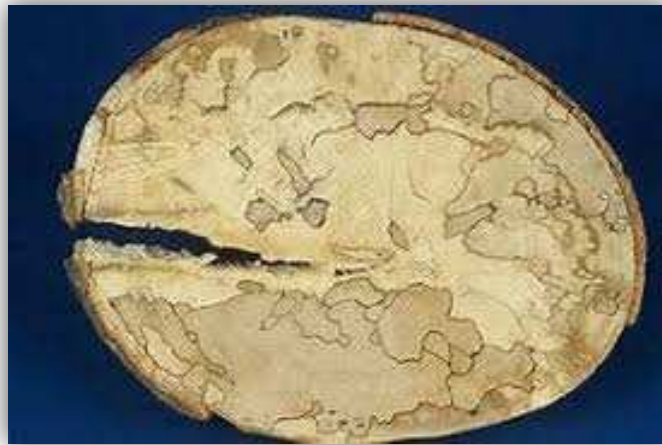


Figure 17: L'échauffement du bois

I.6.e. Les basidiomycètes

Quand ils attaquent la cellulose, les basidiomycètes provoquent une diminution des dimensions du bois, accompagnée d'une fissuration en prismes ou en dés sans consistance que l'on peut écraser avec les doigts. L'aire de développement du champignon prend une couleur brune d'où dérive le nom de pourriture brune ou pourriture cubique. Si l'attaque des basidiomycètes ne se limite pas à la cellulose mais qu'elle intéresse également la lignine, le bois prend une couleur plus claire que celle de la matière saine et arrive même à se réduire à une masse fibreuse blanchâtre (pourriture blanche ou pourriture fibreuse).

a. La pourriture cubique (pourriture brune)

Les champignons de pourritures brunes appartiennent à la classe des basidiomycètes. Ils attaquent particulièrement les bois de résineux, mais également les bois de feuillus. Ils dégradent alors les polymères structuraux du bois pour se nourrir, ce qui aboutit à une diminution des propriétés mécaniques et à un changement d'odeur et de couleur du bois. Ces champignons sécrètent des enzymes dépolymérisant les constituants lignocellulosiques du bois en molécules simples afin qu'elles puissent être absorbées par la membrane de leurs hyphes. Ce mode de nutrition est général à l'ensemble des basidiomycètes, ils le réalisent de façon plus ou moins quantitative selon les espèces. Les Basidiomycètes regroupent les

Partie 1 : Etat de l'art

pourritures brunes ou cubiques et les pourritures blanches ou fibreuses qui se distinguent par leurs modes de dégradation du bois et leurs substrats de prédilection (Rowell, 2005 ; Lyon, 2007).

Les pourritures brunes telles que *Coniophora puteana* attaquent préférentiellement les polysaccharides (cellulose et hémicelluloses) grâce à un système complexe d'enzymes réductases. Elles dégradent les résineux et plus rarement les feuillus. Les bois attaqués présentent un aspect poudreux avec une coloration brun foncée et des fractures en quadrillage d'où son nom de « pourriture cubique ». Les différents mécanismes qui interviennent dans la dégradation du bois par les pourritures brunes sont : les systèmes enzymatiques, avec des enzymes hydrolytiques extracellulaires, et des systèmes non enzymatiques. Les parties cristallines de la cellulose sont dépolymérisées par des systèmes non enzymatiques oxydatifs mettant en jeu le système H_2O_2/Fe^{2+} lors d'un cycle connu sous le nom de réaction de Fenton. Les pourritures brunes sécrètent des endo-glucanase qui participent aussi à la dégradation de la cellulose. La décristallinisation de la cellulose en augmente sa sensibilité aux exo et endo-glucanase. Les hémicelluloses sont amorphes par rapport aux celluloses cristallines, elles sont dégradées avant les celluloses en raison de leur grande accessibilité. Selon Ringman *et al.*, 2014, les pourritures brunes altèrent légèrement la lignine sans entraîner des pertes de masses conséquentes. Les pertes de masse maximales dans le cas des attaques par des pourritures brunes uniquement sont de l'ordre de 70%. On peut voir dans la figure 18 l'apparence du bois attaqué par d'une pourriture cubique.



Figure 18: Observation macroscopique d'un bois d'apparence cubique due à l'attaque du bois par la pourriture brune

b. La pourriture fibreuse (pourriture blanche)

Les agents de pourritures blanches (classe des Basidiomycètes) attaquent plus particulièrement les bois feuillus ; la lignine et la cellulose sont dégradées simultanément. Le bois attaqué est ramolli, prend une couleur blanchâtre et se décompose en fibrilles qui se détachent facilement à la main ; il perd ainsi toute sa structure. Ces agents de dégradations sont bien plus exigeants en eau pour leur bon développement que les champignons de pourriture cubique. Pas très discernable macroscopiquement pendant les premiers stades de l'attaque, une pourriture de type fibreuse occasionne une décoloration progressive du bois qui devient marbré puis blanchi. Après une dégradation forte, le bois devient mou sans être vraiment friable, excepté quand il devient très sec (Blanchette & Barnes, 1988).

Les pourritures telles que *Coriolus versicolor* sont capables de dégrader l'ensemble des polymères structuraux du bois pour se nourrir. D'après Rayzal, 2002 ces champignons se développent préférentiellement sur les feuillus ayant une forte teneur en lignines de types syringyle, et plus rarement sur les résineux ayant eux une forte teneur en lignine de type guaïacyle. Les mécanismes de dégradation du bois par les champignons de pourritures blanches sont complexes. Ils contiennent des systèmes enzymatiques et non enzymatiques. Les processus non enzymatiques impliquent des agents oxydants de faible poids moléculaire qui participent à l'initiation de la dégradation des lignines. Les pourritures blanches sécrètent différentes enzymes : des endo-glucanase qui attaquent la cellulose de façon aléatoire, des exo-glucanase qui attaquent les unités cellobiose et le glucose ainsi que des glucosidases spécifiques des oligosaccharides (Eriksson, 1978). La dégradation de la lignine met en jeu des enzymes de types phénol peroxydases comme la lignine peroxydase ou des laccases. Certaines pourritures blanches comme *Coriolus versicolor* dégradent les celluloses, les hémicelluloses et la lignine dans les proportions similaires, et d'autres plus sélectives, dégradent préférentiellement les hémicelluloses et la lignine. Dans tous les cas, la lignine est dégradée plus rapidement que la cellulose laissant pendant un temps un enchevêtrement de fibres de celluloses blanchâtre, d'où l'appellation de ces pourritures (Higuchi, 1982). Les pourritures blanches sont parfois utilisées par l'industrie de la pâte à papier afin de dégrader la lignine du bois et en récupérer que la partie cellulosique. La figure 19 montre l'apparence d'un bois attaqué par une pourriture fibreuse.



Figure 19: Observation macroscopique d'un bois d'apparence fibreuse due à l'attaque du bois par la pourriture blanche

I.6.f. La pourriture molle

Les pourritures molles s'attaquent préférentiellement à la cellulose des feuillus, mais peuvent aussi affecter celle des résineux. Elles dégradent les bois très humides en contact avec le sol ou les milieux aquatiques. Les bois attaqués présentent un aspect gris (voire noirâtre) et subissent un ramollissement. Ces champignons peuvent être des Ascomycètes comme *Chaetomium globosum* et *Hypocrea rufa* ou des Déutéromycètes comme *Trichoderma harzianum* et *Cladosporium cladosporioides*. Les pourritures molles consomment principalement des polysaccharides des zones de lyse dans la couche S_2 de la paroi secondaire uniquement. La couche S_3 de la paroi secondaire des cellules et la lamelle moyenne, qui sont particulièrement riches en lignine, restent quant à elles intactes après ce type d'attaque (Eriksson *et al.*, 1990). On peut voir l'apparence d'un bois altéré par une pourriture molle dans la figure 20.



Figure 20: Observation macroscopique d'un bois altéré par la pourriture molle

I.6.g. Les insectes

Les insectes, autres agents biologiques de la détérioration du bois, sont répartis en deux catégories : les insectes nidificateurs et les insectes xylophages.

I.6.g.1. Les insectes nidificateurs

Les insectes nidificateurs ont la particularité de creuser au sein du bois pour installer leur ponte mais ne pas consommer le bois en tant que nourriture. Cependant, les galeries qu'ils créent fragilisent la résistance mécanique du bois. Parmi ces insectes, on peut nommer l'abeille charpentière (figure 21) qui attaque les essences feuillues et résineuses tendres et dont les galeries creusées ont un diamètre compris entre 10 et 15 mm et une longueur de plusieurs dizaines de centimètres. Certaines fourmis font également partie de ce groupe et ont la capacité de s'installer dans des galeries déjà formées par d'autres insectes ou dans des bois préalablement dégradés par des champignons (FCBA, 2013).



Figure 21: Abeille charpentière dévorant le bois

I.6.g.2. Les insectes à larves xylophages

Les larves xylophages se nourrissent du bois en creusant des galeries de forme ronde ou ovale, qui causent des dommages aux propriétés mécaniques du bois, et produisent des vermoulures. Lorsque la larve se métamorphose en insecte adulte, celui-ci sort alors du bois pour vivre, une fois adultes ils ne sont plus xylophages. Parmi les insectes à larves, on distingue les espèces d'insectes s'attaquant aux bois secs (humidité comprise entre 7 et 1%) et celles s'attaquant aux bois frais (humidité supérieure à 18%).

c. Biologie-Cycle de développement

Parmi les insectes xylophages, les classes d'insectes connus pour leur affinité à dégrader le bois sont les coléoptères, les isoptères et les hyménoptères. Parmi ces insectes, certains préfèrent s'attaquer au bois sec ou au bois mis en œuvre, alors que d'autres s'attaquent aux bois frais ou bois mort en décomposition (insectes saproxylophages) qui renferment un taux d'humidité élevé. La figure 22 représente les différents stades du cycle de vie d'un insecte. C'est sous la forme de larve, que les insectes xylophages passent la majeure partie de leur vie, et c'est principalement au cours de cette période qu'ils se nourrissent de bois. Cette larve passe ensuite par le stade nymphal avant de devenir un insecte adulte, avec un aspect morphologique très différent. Une adulte, l'insecte se reproduit et dissémine ses œufs.

Les dégâts causés dans les bois, sont les œuvres de ces insectes ou de leur larve. Selon, les cas, ces dégâts peuvent être considérables pour les constructions. La morphologie des larves

leur permet de vivre correctement dans le bois : ces larves sont blanches, molles, aveugles, ont ou pas de pattes et disposent d'un système digestif adapté.

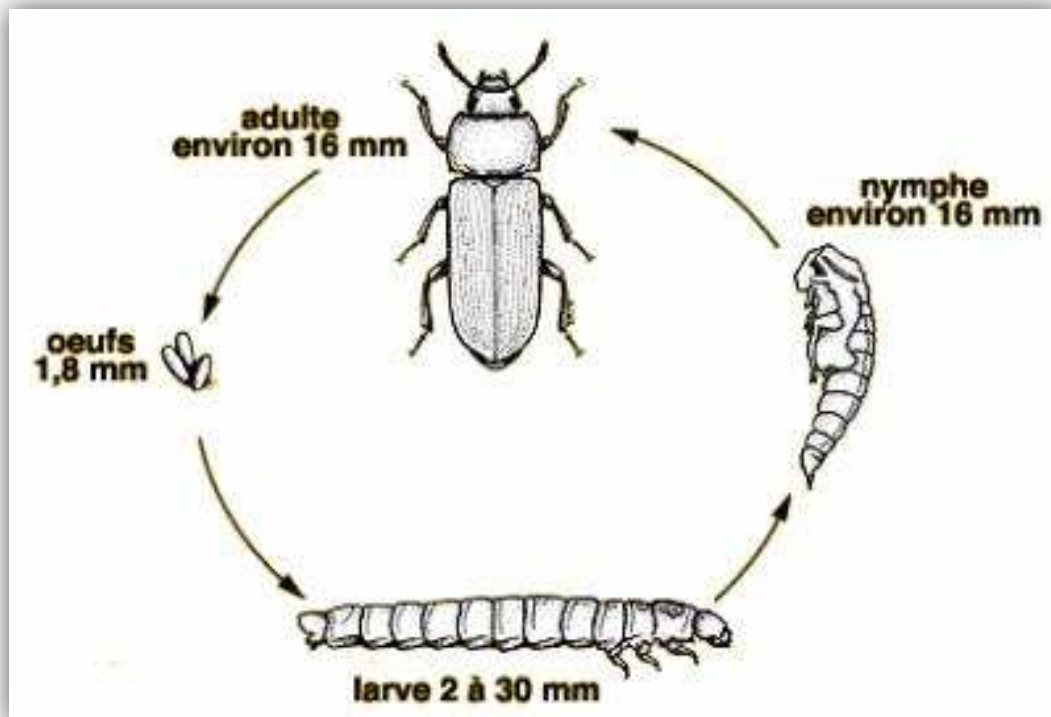


Figure 22: Cycle de développement des coléoptères

d. Les insectes de bois frais : ravageurs primaires et secondaires

Ce sont des insectes xylophages qui vivent dans le bois présentant un taux d'humidité élevé (supérieure à 18%). Ils peuvent aussi se trouver sur les grumes fraîchement abattues et sur les arbres dépérissant. Il s'agit alors des bostryches, des scolytes, des siresx, et plus rarement d'abeilles ou de fourmis charpentières.

Cette partie ne sera pas détaillée car, ces insectes de bois frais ne représentent pas une menace pour les ouvrages en bois, auxquels sont destinés les traitements de préservation.

e. Les insectes de bois sec : ravageurs tertiaires

Ce sont des insectes qui peuvent se développer dans des bois secs, se nourrissent et se reproduisent. Pour le bois mis en œuvre dans la construction, ces derniers sont particulièrement dangereux. Il s'agit principalement des différentes espèces de coléoptères et de termites.

Ordre des coléoptères

f. Capricorne de maison

De son véritable nom *Hylotrupes bajulus* (figure 23), le capricorne de maison appartient à la famille des *Cerambycidae*. Il s'attaque aux résineux, et plus particulièrement de l'aubier lorsque celui-ci est différencié. Le pin, le douglas, le mélèze et le sapin, sont des essences européennes sensibles à ses attaques. La larve creuse des galeries, qui ne sont visibles que lorsque l'insecte sort du bois. La durée de vie de la larve varie de 3 à 5 ans, allant parfois jusqu'à 10 ans. Sa durée de vie varie en fonction de l'essence de bois et de sa valeur nutritive, sans oublier la dépendance des conditions de température et d'humidité. Des températures trop élevées ou trop basses, ou de grosses variations de températures peuvent être lethales pour la larve. Mais dans la plupart des cas, la larve a la capacité de se mettre au repos en attendant que la température redevienne plus clémente. Sa présence est généralement détectée par la présence des trous d'émergence des adultes, de section ovale et de six à dix millimètres de large. Le capricorne de maison peut également vivre dans les résineux secs sur pieds (Damay, 2014).

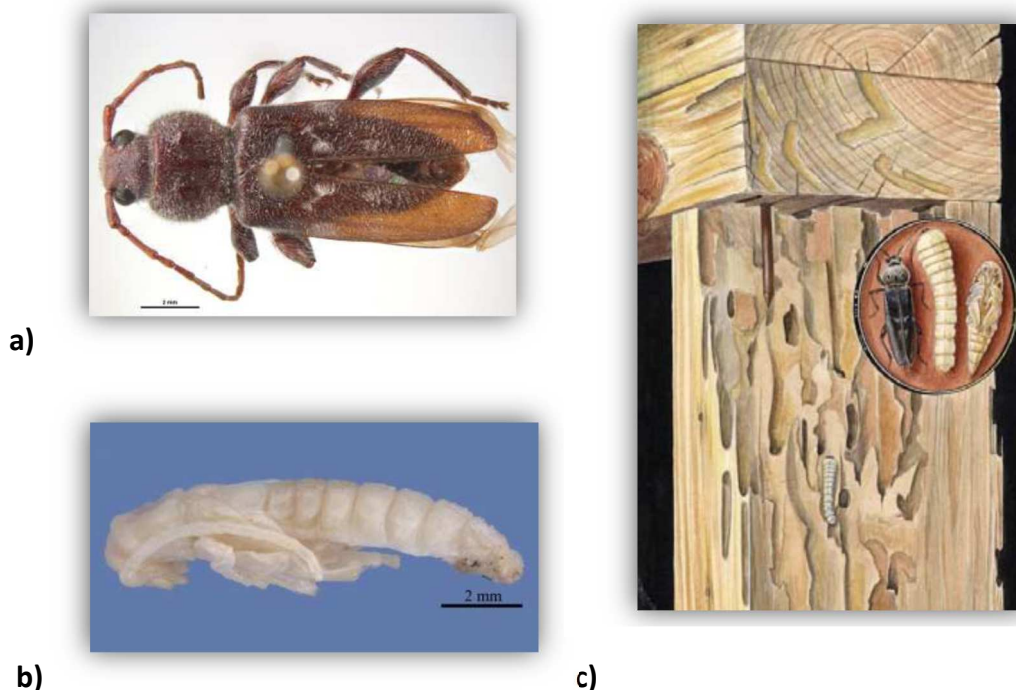


Figure 23 : a) *Hylotrupes bajulus* adulte, b) à l'état de larve et c) les dégâts qu'elle provoque (Pignolet, 2008)

g. Lyctus

Lyctus brunneus et *Lyctus linearis*, sont deux espèces de lyctus présentes en France. Parmi ces deux espèces, *Lyctus brunneus* est la plus répandue dans le pays. Elles appartiennent à la famille des Lyctidés. Ces insectes ont été introduits en France par l'intermédiaire du commerce et l'importation de bois tropicaux. Ils sont de petite taille : 3 à 6 mm de longueur. Ils attaquent principalement les feuillus riches en amidon, indigènes ou tropicaux, dont le diamètre des vaisseaux est supérieur à 50 μ , car c'est dans ces vaisseaux que pondent les femelles à l'aide d'une tarière de ponte. Ils n'attaquent donc pas les résineux, car ces derniers ne sont pas dotés de vaisseaux. Leur cycle de développement peut durer environ un an en zone tempérée, alors que celui-ci varie de trois à six mois en zone tropicale. Certaines essences de bois tropicales, ayant des taux d'amidons importants, peuvent être dégradées jusqu'au bois parfait. Les galeries creusées par ces insectes sont rondes et parallèles au fil du bois. Ils sont détectables par la présence des trous d'émergence des insectes adultes, de forme circulaire et d'un diamètre de 1 à 2 mm, et de vermoulure extrêmement fine ayant une consistance similaire à celle de la farine (Ramel, 2014). On peut voir les trous d'émergences sur la figure 24.



Figure 24: *Lyctus linearis* adulte et des trous d'émergences

h. Vrillettes

Xestobium rufovillosum (grosse vrillette) et *Anobium punctatum* (petite vrillette) (figure 25), sont les deux représentants généralement rencontrés dans les bois secs. Elles font partie de la famille des Anobiidés.

« Horloge de la mort », est le terme employé pour désigné la grosse vrillette, en raison du mode de communication entre les individus : les mâles à la recherche des femelles cognent sur les parois des galeries, produisant des bruits secs et réguliers. La larve peut mesurer jusqu' 11 mm, alors que l'imago 5 à 7 mm de long. La grosse vrillette s'attaque préférentiellement aux bois morts, résineux ou feuillus, lorsque ces derniers ont été préalablement attaqués par des champignons lignivores. Dans un tel bois, ramolli et enrichi en azote, les larves peuvent s'y développer pendant 1 à 10 ans. La grosse vrillette se trouve en milieu urbain, mais peut se retrouver également dans la nature, où elle se développe dans les vieilles souches et les troncs d'arbres en décomposition naturelle.

Long de 3 à 6 mm, la petite vrillette affectionne aussi les bois déjà attaqués par un champignon. Elle se développe également dans les milieux humides, tels que les châteaux ou les églises. Feuillus et résineux y sont tous sensibles ; la dégradation se propage sur le bois parfait s'il n'est pas duraminisé ou s'il est colonisé par des champignons de pourriture. Les larves se nourrissent de bois pendant 1 à 4 ans. Les essences tropicales sont résistantes à leurs attaques. *Anobium punctatum* est l'un des parasites les plus importants qui s'attaquent aux biens culturels tels que les sculptures ou les tableaux ; et apprécie aussi les escaliers ou les sols en bois. On le retrouve également dans la nature.

La présence des vrillettes est détectable par les trous circulaires d'émergence des adultes, d'un diamètre de 2 à 4 mm pour la grande vrillette et de 1 à 3 mm pour la petite vrillette ; il y a également apparition de vermoulure granuleuse. (Martinez, 2008). Les vrillettes creusent des galeries rondes dans les sens du fil du bois (Martinez, 2008).



Figure 25: La grosse vrillette à gauche et la petite vrillette dévorant le bois à droite

Ordre des isoptères

i. Les termites

Les termites sont des vers rongeurs, ce nom vient du latin « termes ». Ils se nourrissent de la cellulose (bois, papier, carton et certains autres tissus...) qu'ils dégradent souvent à l'aide des microorganismes avec lesquels ils vivent ensemble en symbiose. Une fois le bois attaqué, il prend un aspect feuilleté, résultant de l'attaque différentielle entre le bois de printemps et le bois d'été. Ils sont de dangereux agents de dégradations du matériau bois, car ils engendrent de dégâts structurels importants.

Les termites vivent en société. Ce sont des insectes sociaux contrairement aux autres insectes xylophages, ils ne peuvent pas vivre de manière isolée. On les appelle aussi « fourmis blanches ». 75 espèces sont réellement dangereuses pour la construction, parmi les 2700 espèces de termites qui existent dans le monde, majoritairement réparties entre les tropiques. Les termites sont classées en trois catégories : les termites souterrains (*Reticulitermes lucifugus*, *Reticulitermes santonnesis*, *Heterotermes* et *Coptotermes*), les termites arboricoles (*Nasutitermes*) et les termites de bois sec (*Kalotermitidae*, *Kalotermites flavicollis*, *Cryptotermes brevis*) (Martinez, 2008).

Ces insectes vivent en colonies, organisée en différentes castes : ouvriers, soldats, nymphes, reproducteurs (sexués imaginaux et sexués de remplacement ou néoténiques) et larves cohabitent. Les termites font preuve d'efficacité collective avec une forte répartition de travail et une minutieuse spécialisation des tâches. Leur polymorphisme est important : la

Partie 1 : Etat de l'art

morphologie des individus caste est adaptée à leur fonction. A l'exception du robinier (*Robinia pseudoacacia*) et de quelques feuillus tropicaux (Doussié, Ipé, Azobé...), les termites sont susceptibles d'attaquer toutes les essences de bois ([Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du développement Durable et de la Mer, 2010](#)). On peut voir les termites de l'espèce *Reticulitermes* et les dégâts qu'ils causent sur la figure 26. Le cycle de développement de termite est exposé sur la figure 27.

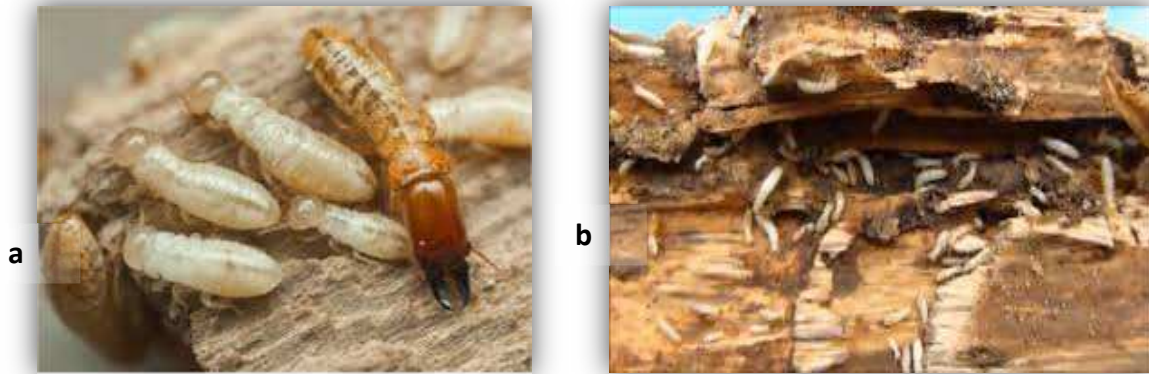


Figure 26: a) Termites ouvriers de l'espèce *Reticulitermes*, b) dégâts sur le bois

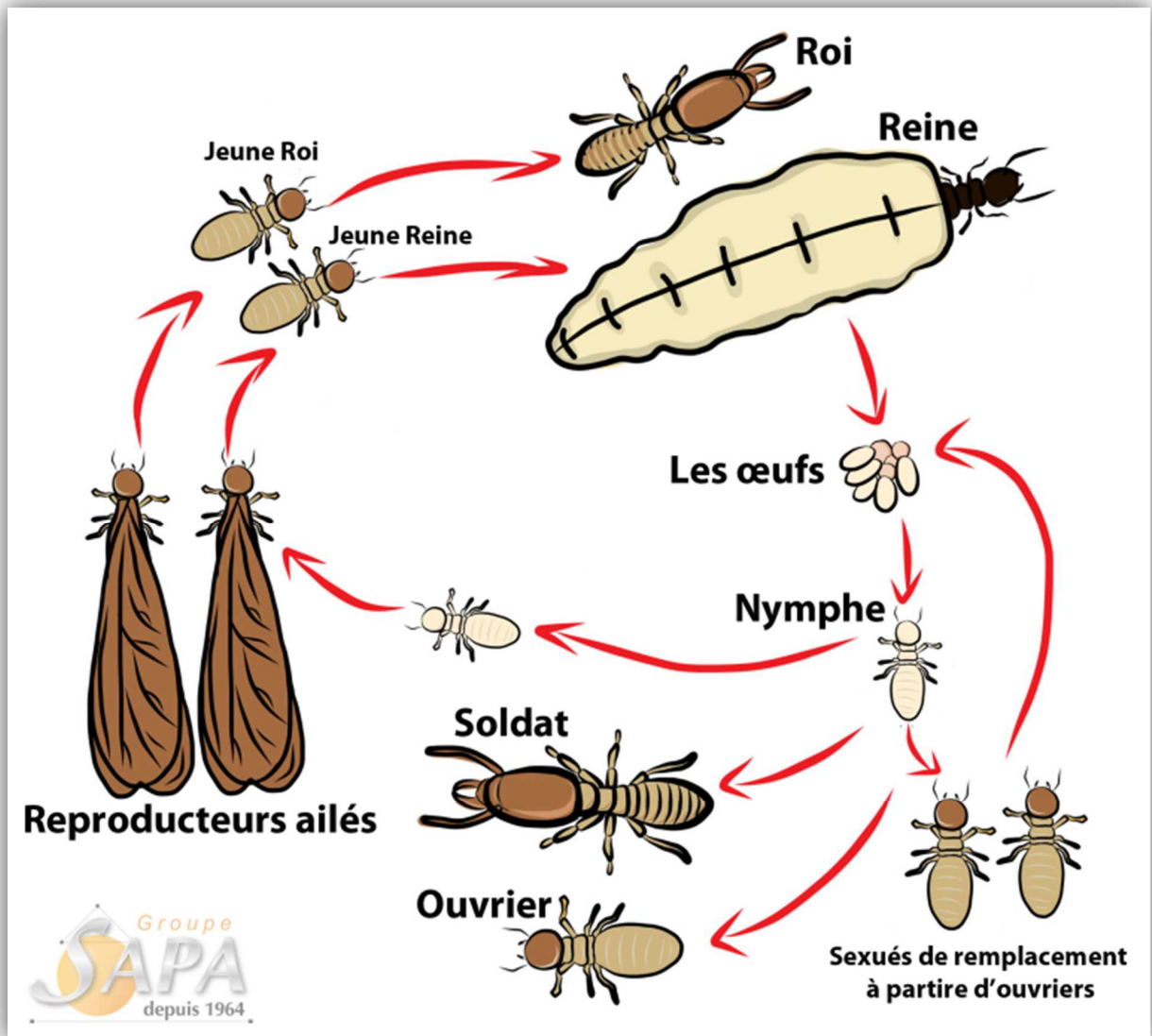


Figure 27: Cycle de développement des termites (SAPA)

Un bois attaqué par ces agents de dégradation du bois voit ses propriétés mécaniques détériorées. Des traitements, de protection ou curatifs adaptés à son utilisation et à son exposition à l'humidité, sont alors nécessaires.

I.7. Classes d'emploi du bois

La norme NF EN 335-1 (2007) définit cinq classes d'emploi du bois correspondant aux risques potentiels liés à la situation de mise en service du matériau bois. Les situations qui favorisent l'installation à long terme d'une humidité au niveau des bois engendrent tout naturellement un risque accru de développements fongiques. Les attaques par les insectes xylophages,

Partie 1 : Etat de l'art

incluant les termites, sont possibles dans toutes les classes d'emploi allant de la classe 1 à la classe 5 (Dulbecco et Luro, 1998 ; Afnor, 2007).

Tableau 2: Classe d'emplois, agents d'altération potentiels et zones vulnérables. Tableau inspiré de la norme EN 335-2 (2007)

Classe	Situation en service	Exposition à l'humidification en service	Risque biologique potentiels
1	A l'intérieur, sous abri Exemple: parquets, escaliers intérieur	Sec	Insectes
2	A l'intérieur ou sous abri Exemple: éléments de charpente intérieure, bois d'ossature	Humidification occasionnelle	Insectes, champignons
3a	A l'extérieur, au-dessus du sol, protégé Exemple: revêtements de façade menuiseries	Humidification occasionnelle	Insectes, champignons
3b	A l'extérieur, au-dessus du sol, non protégé Exemple: revêtements façade, menuiseries	Humidification fréquente	Insectes, champignons
4	A l'extérieur en contact avec le sol et/ ou l'eau douce Exemple :traverses de chemin de fer, poteaux de ligne, terrasses extérieures	Humidification permanente	Insectes, champignons
5	En contact avec l'eau salée Exemple : pontons	Humidification permanente	Insectes, champignons, térébrants marins

A noter, que la classe d'emploi est définie uniquement par l'utilisation du bois et ne dépend pas de l'essence de bois utilisée.

I.8. Durabilité naturelle du bois

Le bois peut présenter une durabilité naturelle suffisante pour être utilisé sans traitement de préservation pour certains emplois, en fonction des risques précédemment décrits et des exigences de durée de vie du produit. La durabilité naturelle du duramen (bois parfait) est classée suivant la norme EN 350-2 (1994) (tableau 3). La classe de durabilité dépend

uniquement de l'essence du bois considérée et non de l'utilisation qui en est faite (Afnor, 1994 ; Dulbecco et Luro, 1998).

Tableau 3: Définition des classes de durabilité naturelle pour les champignons coléoptères et termites selon la norme EN 350-2 (1994)

Agents de dégradation	Classe de durabilité	Description
Champignons lignivores	1	Très durable
	2	Durable
	3	Moyennement durable
	4	Faiblement durable
	5	Non durable
Coléoptères	D	Durable
	S	Sensible
Termites	D	Durable
	M	Moyennement durable
	S	Sensible

Les durabilités naturelles du duramen du Pin sylvestre et du hêtre sont indiquées dans le tableau suivant (tableau 4) .

Tableau 4: Durabilité naturelle du duramen des essences utilisées lors de cette étude, extrait de la norme EN 350-2

Essences	Durabilité naturelle			
	Champignons	Capricorne	vrillettes	Termites
Pin sylvestre	4	S	S	S
Hêtre	5	D	S	S

Certaines conditions environnementales, citées plus haut, sont les risques encourus pour le bois lorsqu'il est utilisé en milieu extérieur. L'utilisation d'une essence de bois non durable en

extérieur est envisageable mais nécessite un traitement de préservation, afin de lui apporter une durabilité suffisante pour l'usage souhaité.

I.9. Durabilité conférée au bois

Pour conférer au bois une durabilité suffisante pour un usage en extérieur et/ou en contact avec l'eau, celui-ci doit préalablement être traité. De nombreux critères doivent alors être pris en compte tels que : la nature et la perméabilité de l'essence, ainsi que la technologie du traitement (organique ou inorganique) répondant aux réglementations en vigueur. Dans cette partie, sont tout d'abord décrites les méthodes de traitement du bois, puis les traitements classiques couramment employés dans l'industrie et les réglementations qui y sont liées.

I.9.a. Méthodes de traitements du bois

Il existe deux principales méthodes d'application des produits : les traitements de surface et les traitements par imprégnations en profondeur (plus ou moins en profondeur en fonction du type de procédé utilisé).

I.9.a.1. Traitements du bois en surface

Les applications en surface comme le trempage, la pulvérisation ou le badigeonnage sont des procédés statiques. L'absorption du produit dépend à la fois de la capacité d'absorption naturelle de l'essence de bois à traiter, ainsi que la méthode d'application et la qualité de la surface initiale du matériau. Les principaux objectifs de ces procédés sont d'améliorer la stabilité du bois aux UV, de changer l'énergie de surface du bois afin de favoriser les interactions entre la surface du bois et les revêtements, et d'améliorer la résistance à l'effritement (Hill, 2007).

Ces traitements sont principalement utilisés pour les classes d'emploi 1 ou 2 (Tableau 2) et plus rarement des emplois en classe 3 quand le bois est peu exposé et le risque d'humidification est réduit.

C'est pour cette raison que ces méthodes de traitement ne seront pas davantage développées dans ce manuscrit.

I.9.a.2. Traitement du bois par imprégnation en profondeur

L'imprégnation de composés chimiques peut se faire dans la paroi cellulaire et / ou du lumen.

L'imprégnation se fait par des cycles de vide-pression afin d'atteindre l'absorption requise et la profondeur de pénétration du produit dans le bois souhaitée. Le bois est placé dans un autoclave où le vide est effectué, la solution est ensuite injectée, puis le contenu de l'autoclave est mis sous pression permettant ainsi la pénétration en profondeur de la solution de traitement (WEI-IEO). Le choix de ce procédé dépend de la facilité d'imprégnation des différentes essences de bois, qui sont indiquées dans la norme NF EN 350-2 (1994) (tableau 5). Les classes d'imprégnabilité des essences de bois utilisées au cours de notre étude sont décrites dans le tableau 6.

Tableau 5: Classification de l'imprégnabilité des bois selon la norme EN 350-2 (1994)

Classe d'imprégnabilité	Description
1	Imprégnabilité
2	Moyennement imprégnable
3	Peu imprégnable
4	Non imprégnabilité

Tableau 6: Imprégnabilité des essences sélectionnées pour l'étude

Essences	Imprégnabilité	
	Duramen	Aubier
Pin sylvestre	3/4	1
Hêtre	1	1

Le procédé d'imprégnation a été utilisé pour l'application des produits biocides dans la préservation le bois. Ensuite, ces composés longuement utilisés par l'industrie du bois sont détaillés par la suite.

I.9.b. Origine de la préservation du bois (Gérardin-Charbonnier & Gérardin, 2019)

L'origine de la préservation du bois remonte à l'antiquité. L'extraction des résines pour enduire les coques des navires est expliquée par Hérodote en 484-424 avant Jésus Christ. Les Egyptiens, quant à eux, utilisaient des sels (le natron) pour conserver la matière organique. Il y plongeait le corps des défunts, avant de les enduire de substances bitumineuses pendant le processus de momification. Au milieu du XIX^{ème} siècle, Boulton développe un procédé (procédé de Boultonisation) qui consiste à imprégner le bois avec une solution aqueuse de sulfate de cuivre et le chauffer dans une solution de créosote, qui cause ainsi l'évaporation de l'eau et la pénétration de la créosote. Pour protéger les poutres et les piliers de ponts en bois contre la dégradation, Alexandre le Grand (356-323 av JC), préconisait de les enduire. Pour la construction, les chinois (100 av JC), plongeait le bois dans des lacs salés ou dans de l'eau de mer avant de l'utiliser. Pline l'Ancien (23-79 av JC), relate que l'huile d'olive, mais aussi les huiles de mélèze, de cèdre ou de genévrier étaient utilisés pour protéger les objets de valeur contre les pourritures, au temps des romains. Depuis la préhistoire, et dans certaines tribus aborigènes d'Australie ou amérindiennes, la carbonisation était une technique ancestrale encore utilisée aujourd'hui. C'est au milieu du XVIII^{ème} siècle, que le problème de la préservation des bois va réellement commencer à être sérieusement considéré. C'est à cette époque que la marine de guerre britannique va connaître d'importants problèmes, liés à la dégradation de ses navires par des agents de pourritures. Le développement de l'industrie et des premières aciéries, qui utilisaient des quantités croissantes de charbons de bois a conduit à une pénurie de bois causant ainsi un accroissement des problèmes d'approvisionnement des bois pour la construction navale et le renouvellement des flottes des différentes puissances navales à cette même époque. Le développement de méthodes de préservation moderne liées à la nécessité de trouver des solutions efficaces de protection du bois dont la consommation était progressive avec l'industrialisation de l'Europe et le développement des industries minière, du chemin de fer et du télégraphe, va s'étancher de la fin du XVIII^{ème} et début du XIX^{ème} siècle. Cinq procédés utilisant le chlorure mercurique, le sulfate de cuivre, le chlorure de zinc, le sulfate ferreux en présence de sulfure et la créosote, étaient reconnus comme efficaces pour la préservation du bois en 1842. Différents procédés de traitement vont alors se développer et être brevetés en Europe. En 1767, l'utilisation du sulfate de cuivre qui est recommandé par De Boissieu et Bordenave, est brevetée par Margary en 1837. C'est dans le cadre du procédé Boucherie, procédé qui consiste à imprégner des bois fraîchement abattus

en utilisant le déplacement de sève au travers de l'aubier, que se développe l'utilisation du sulfate de cuivre en France. En 1879, la boulttonisation impliquant l'imprégnation du sulfate de cuivre suivi d'un chauffage dans la créosote émerge. En 1838, le procédé utilisant le chlorure de zinc est breveté par William Burnett. La même année l'utilisation de la créosote à l'aide d'un procédé vide pression est également brevetée par John Bethell. Ce dernier brevet fait aussi émerger l'imprégnation d'autres substances impliquant des sels, des huiles et des substances bitumineuses. La reconnaissance en 1853 de la créosote comme étant l'un des produits les plus efficaces, conduit à l'abandon de la plupart des autres produits. Cependant le procédé Boucherie continue à être utilisé en France. Au début du XX^{ème} siècle, l'essor de l'industrie chimique va tendre vers l'utilisation de différentes formulations à base de multi-sels et de composés organochlorés, comme le pentachlorophénol, et va ainsi conduire vers un déclin de l'utilisation de la créosote. Les différentes formulations multi-sels les plus connues, développées en Europe et Amérique du Nord, seront les formulations à base de Cuivre-Chrome-Arsenic (CCA), qui présentent une efficacité incontestable dans les conditions extérieures où le bois est soumis à de forts risques de biodégradation. Ces formulations seront utilisées jusqu'au début du XXI^{ème} siècle dans la majorité des pays industrialisés et continuent encore aujourd'hui à être utilisées dans certains pays.

I.9.c. La préservation du bois de nos jours (Gérardin-Charbonnier & Gérardin, 2019)

De nos jours la préservation du bois se base en grande partie sur des concepts mis en place au début du XX^{ème} siècle avec quelques changements et évolutions notoires dues à la prise de conscience collective pour la protection de la planète conduisant à des systèmes de préservation du bois de plus en plus respectueux de l'homme et son environnement.

La considération des conditions d'emploi final du bois pour définir au mieux le procédé d'imprégnation à utiliser et la nature des produits de préservation nécessaires sont importantes. Il faut noter que l'imprégnabilité du bois peut varier fortement d'une essence à l'autre. La norme européenne NF EN 335 « Durabilité du bois et des matériaux à base de bois- Classe d'emploi : définitions, application au bois massif et aux matériaux à base de bois » indique alors 5 classes d'emploi en fonction des agents de dégradation auxquels le bois est susceptible d'être exposé (tableau 7).

Tableau 7: Risques biologiques impliqués dans les applications courantes du bois massif

Classe	Situation en service	Exemples d'emplois	Risques biologiques
1	Bois toujours sec	A l'abri de l'humidité	Insectes
2	Humidité des bois en moyenne inférieure à 18%	Charpente, ossatures correctement ventilées en service	Insectes, termites, champignons de surface
3	Bois soumis à des alternances humidité/sécheresse	Menuiserie extérieures verticales soumises à la pluie	Pourritures, insectes, termites
4	Bois d'humidité toujours supérieure à 20% en tout ou partie de son volume	Bois horizontaux extérieurs et bois en contact avec le sol	Pourritures, insectes, y compris termites
5	Bois en contact permanent avec l'eau de mer	Piliers, pontons, bois immergés	Pourritures, insectes, térébrants marins

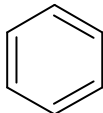
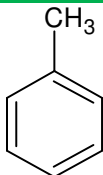
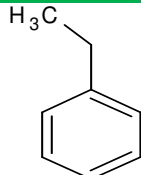
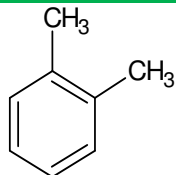
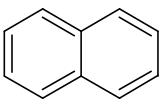
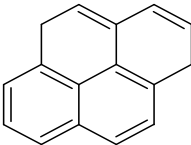
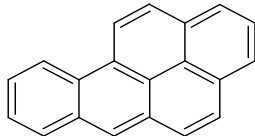
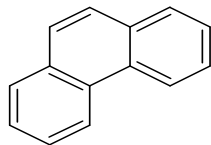
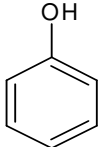
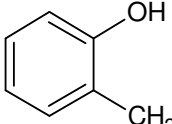
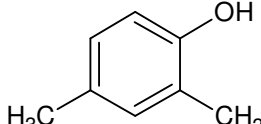
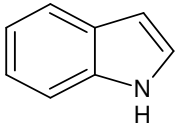
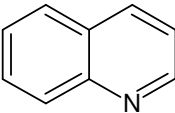
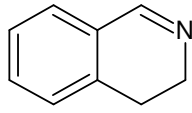
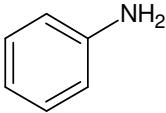
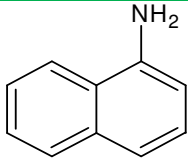
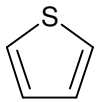
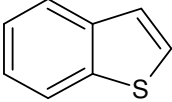
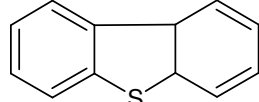
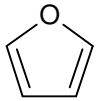
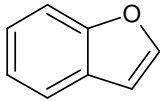
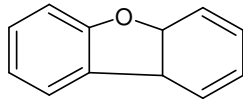
Une classe d'emploi connue, implique une adoption d'un procédé de traitement adapté, permettant un traitement de surface lorsque le bois est utilisé en classe 1 ou 2, dont il existe peu de risque de lessivage des produits de préservation utilisé et un traitement dans la masse pour les bois exposés en conditions extérieures plus sévères correspondant aux classes 3, 4 et 5. On distingue différents procédés de traitement permettant d'introduire un produit de préservation plus ou moins profondément et efficacement dans le bois : le badigeonnage, l'aspersion, le trempage à froid pour les méthodes plutôt superficielles, le trempage et les méthodes vide pression pour les méthodes dans la masse. Ces produits de préservation doivent présenter de bonnes propriétés fongicide et insecticide tout en restant peu toxique pour l'homme et son environnement. Ils ne doivent pas diminuer les propriétés mécaniques du bois, ils doivent être stables dans le temps et résistants au lessivage, et doivent pouvoir se diffuser et se fixer dans le bois de manière efficace.

Utilisée dès la fin du XIXème siècle, la créosote est la résultante de la distillation de charbon, de houille, de tourbe ou de bois à des températures comprises entre 100 et 500 °C. Elle montre une composition chimique complexe et variable, et est principalement constituée d'hydrocarbures aromatiques polycycliques, de composés phénoliques et de composés hétérocycliques incluant de l'azote (tableau 8). Elle a une odeur caractéristique et

Partie 1 : Etat de l'art

désagréable, et se présente sous la forme d'un produit plus ou moins visqueux selon le procédé de fabrication employé. Il existe des créosotes légères, longtemps utilisées pour le traitement des façades, et des créosotes lourdes utilisées dans les conditions où le bois est soumis à de forts risques de dégradation. La créosote rend le bois hydrofuge et apporte à ce dernier des propriétés fongicides et insecticides. Elle est appliquée par méthode de vide / pression en autoclave. Un dispositif peut également être mis en place lors de procédé de traitement, permettant de réduire la viscosité du produit lors de l'imprégnation. A cause de sa forte toxicité, la créosote a été interdite dans la plupart des pays développés, mais reste autorisée pour des usages industriels spéciaux, comme : les poteaux téléphoniques, les traverses de chemin de fer ou encore les coques de bateaux. La créosote était très utilisée au début du XXème siècle, mais l'avènement de l'électricité et du gaz naturel a entraîné le déclin de son utilisation suite à l'abandon du gaz de houille.

Tableau 8: Structures chimique de quelques composants des créosotes

Familles de composés	Exemples			
Hydrocarbures aromatiques				
	Benzène	Toluène	Ethylebenzène	Xylène
Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)				
	Naphtalène	Pyrène	Benzo[a]pyrène	Phenanthrène
Composés phénoliques				
	Phénol	o-créosol	2,4-diméthylphénol	
Composés hétérocycliques azotés				
	Indole	Quinoline	Isoquinoline	
Amines aromatiques				
	Aniline		Aminonaphtalène	
Composés hétérocycliques soufrés				
	Thiophène	Benzo [b]thiophène	Dibenzothiophène	
Composés hétérocycliques oxygénés				
	Furane	Benzofurane	Dibenzofurane	

La baisse progressive de l'utilisation de la créosote a entraîné le développement de nouvelles formulations à base de multi-sels, de type cuivre-chrome-arsenic. Le chrome joue le rôle de fixateur, tandis que le cuivre et l'arsenic sont utilisés en tant que fongicide et insecticide.

Toutefois, ces multi-sels présentent une forte toxicité, l'arsenic et le chrome VI étant tous deux des composés cancérigènes. Ils sont utilisés en remplacement de la créosote avec une imprégnation vide-pression. Ils sont utilisés pour les bois employés dans les classes 4 et 5, car ils ont un bon pouvoir de rétention dans le bois. L'utilisation des multi-sels est fortement réglementée aujourd'hui dans la plupart des pays Européens et interdite pour les usages où le bois est en contact direct avec l'homme ou des animaux. On les réserve à des usages restreints, tels que les traverses de chemin de fer, les poteaux électriques et téléphoniques, les bois de structures des bâtiments agricoles et industriels et les installations portuaires. Des variations du traitement CCA ont ensuite été développées tels que l'arséniate de cuivre ammoniacal (ACA), l'arséniate de cuivre et de zinc ammoniacal (ACZA), le cuivre-chrome-bore (CCB), ou le cuivre-chrome-fluor (CCF). Cependant, aucune de ces variantes n'a été universellement acceptée car elles conféraient aux bois traités des performances plus faibles que ceux traités par les CCA ([Wood Handbook, 1999](#)).

Vers les années 90, des inquiétudes se sont posées concernant les expositions à l'arsenic et au chrome ainsi que sur les émissions des bois traités au CCA. C'est pourquoi, une élimination de l'arsenic et du chrome dans beaucoup d'applications de préservation puis son interdiction finale dans les produits de préservation du bois à destination du public (Directive Européenne 76/769/EEC), ont conduit au développement de nouveaux agents de préservation et de protection du bois ([Townsend et Solo-Gabriele, 2006](#) ; [Schultz et al., 2007](#)). De plus, l'utilisation de l'arsenic en tant que produit de traitement du bois est réglementée par la directive européenne 2003/2/CE. Généralement, les bois traités à l'arsenic sont interdits de mise sur le marché sauf par dérogation pour des utilisations professionnelles pour lesquelles un contact avec le public est improbable ([Directive n°2003/2/CE](#)). Le CCA est représenté sous trois formes (A, B et C) en fonction de sa composition dans le tableau 9.

Tableau 9: Composition des trois types de CCA

Composé	Composition (% massique)		
	Type A	Type B	Type C
Trioxyde de chrome, Cr₂O₃	65,5	35,3	47,5
Oxyde de cuivre, CuO	18,1	19,6	18,5
Pentoxyde d'arsenic, As₂O₅	16,4	45,1	34,0

Partie 1 : Etat de l'art

Des formules sans arsenic, telles que les mélanges cuivre-chrome-bore (CCB), ont également été proposées. L'interdiction du chrome et de l'arsenic a conduit à l'utilisation de différents produits de remplacement formulés en associant des biocides organiques et du cuivre en présence d'amines comme les mélanges cuivre-bore-azote (CBA) contenant du carbonate de cuivre, du Tébuconazole, de l'acide borique et de l'éthanolamine ou les mélanges cuivre-HDO (bis-N-cyclohexyldiazéniumdioxide). Toutefois, ces produits semblent également présenter des performances inférieures à celles des CCA. Finalement, les formulations à base de cuivre micronisé (broyé en très petites particules qui varient de 100 à 500 μm), associées à des biocides organiques permettent de conférer au bois traité une durabilité correspondant à la classe d'emploi 4.

Les produits à base de bore constituent une autre catégorie de produits hydrosolubles qui présentent plusieurs avantages. Ces produits sont incolores et inodores et sont dotés d'un large spectre d'activité : antibactériens, fongicides, insecticides, et ont également des propriétés ignifuges. De plus, ces composés ne modifient pas les propriétés intrinsèques et mécaniques du bois et se diffusent bien au sein du matériau. Cependant, leurs pouvoirs de rétention dans le bois sont limités faibles et sont facilement lessivables par l'eau. Ils ne peuvent donc pas être utilisés tels quels pour des applications extérieures. Les produits actifs les plus connus sont le borax, le TIMBOR (DOT) et l'acide borique. Bien que peu toxiques, ils présentent tout de même des propriétés tératogènes et sont classés toxiques par l'Institut National de Recherche et de Sécurité. Les composés à base de bore sont appliqués par diffusion, trempage, aspersion ou badigeonnage, pour des applications où le bois n'est pas exposé au lessivage par l'eau de pluie.

La dernière catégorie des produits de préservation du bois utilisés, sont les produits organiques. Longtemps utilisés dans les solvants pétroliers comme le naphta lourd, les produits organiques sont actuellement formulés en phase aqueuse sous forme d'émulsion ou de microémulsions de manière à limiter les rejets de composés organiques volatiles à l'origine de différentes pathologies. Le pentachlorophénol (PCP) (figure 28), longtemps très utilisé, possédait une efficacité comparable à la créosote de par ses propriétés fongicide et insecticide, mais sa toxicité pour l'homme et son environnement a conduit à son interdiction vers les années 80. Certains produits organiques utilisés actuellement ont d'abord été développés pour l'agrochimie, et ont ensuite été proposés pour le traitement du bois en remplacement des composés organochlorés tels que le lindane, la dieldrine ou le PCP, ces

derniers étant jugés trop toxiques. Les principales familles de produits organiques qu'on retrouve actuellement sur le marché sont exposées dans le tableau 10. La liste des produits du tableau 10 n'est pas exhaustive, d'autres produits existent sur le marché, mais la tendance actuelle se trouve plutôt vers la limitation de l'utilisation des substances actives utilisées pour la protection du bois, du fait des coûts importants liés aux autorisations de mise sur le marché, générées par la mise en place de la « Directive Biocide ».

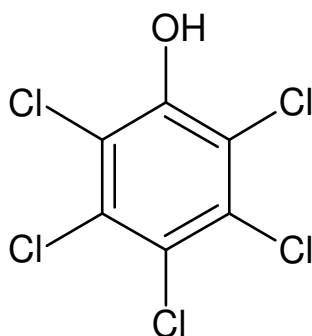


Figure 28: Pentachlorophénol

Tableau 10: Exemples des principales familles de biocides organiques

Biocide	Organismes inhibés
Triazoles	Champignons lignivores
Tébuconazole, propiconazole ou cyproconazole	
Busan 30™	Champignons lignivores, Moisissures
2-[thiocyanométhylthio]benzothiazole	Termites/insectes
Polyphase™	Champignons lignivores Moisissures
3-iodo-2-propynylbutyl carbamate	
Composés d'ammonium quaternaires	Champignons lignivores Moisissures
Chlorure de didécyldiméthylammonium	Termites/insectes
Chlorure de dialkyldiméthylammonium avec des groupements alkyles de C8 à C14	
Chlorure d'alkyldiméthylbenzyle ammonium avec des groupements alkyles C12 à C18	
Pyrethroides synthétiques	Termites/insectes
Perméthrine, Bifenthrine, Cyperméthrine, Cyfluthrine ou Deltaméthrine	

I.9.d. Réglementation et législation européenne

Les réglementations des Etats Membre de l'Union Européenne concernant la mise sur le marché des produits biocides sont harmonisées par la directive Biocides 98/8/CE européenne. L'objectif principal de cette réglementation est d'assurer un niveau de protection élevé pour la santé de l'homme, des animaux, et de l'environnement en limitant la l'industrialisation et la commercialisation de produits efficaces avec des impacts environnementaux acceptables. De plus, elle encourage la mise sur le marché de substances actives présentant moins de risques. Cette directive est passée en réglementation Européenne (BPR) en 2013 ([Directive n°98/8/CE](#))

Les restrictions relatives à l'utilisation des créosotes en raison de leur toxicité sont un sujet délicat au niveau de la commission Européenne du fait des volumes importants de bois actuellement traités par ces produits. La commission Européenne a publié le 26 juillet 2011 une directive précisant les nouvelles restrictions vis-à-vis de l'utilisation de la créosote en Europe, qui sont entrées en vigueur le 1^{er} mai 2013. Cette nouvelle décision modifie la Directive sur les produits biocides et résulte d'une évaluation des risques réalisée sur les effets de la créosote pour la santé humaine et pour l'environnement. En effet, la créosote est cancérigène quelque soit sa concentration s et les risques pour l'environnement sont démontrés dès lors que le bois traité entre en contact direct avec le sol ou l'eau. Ainsi, la créosote ne doit plus être mise sur le marché, sauf par les entreprises ayant obtenus une autorisation pour des usages clairement définis et quand il n'existe pas de substitut moins nocif pour l'environnement ([Directive n°2011/71/UE](#)).

Avec de plus en plus de réglementations, les nouvelles méthodes de traitement du bois ont été développées pour substituer les procédés de préservations classiques du fait de leur toxicité. Ces systèmes, plus onéreux que les traitements biocides, ne sont pas encore tous optimisés afin d'être utilisés à l'échelle industrielle.

I.9.e. Les alternatives pour le futur

La modification des groupements hydroxyles des constituants pariétaux du bois, grâce à des réactions d'estérification, de carbamatation ou d'alkylation et l'imprégnation des monomères ou de résines polymérisables pour former un composite bois-polymères après polymérisation *in situ* de ces derniers dans le bois, sont les différentes stratégies qui peuvent être envisagées pour améliorer la stabilité dimensionnelle du matériau (modification chimique du bois). Suite

à la réduction de son affinité avec l'eau et l'humidité, ces bois modifiés seront moins sensibles face aux agents de dégradation biologique..

Le mécanisme de stabilisation peut varier en fonction de la méthode utilisée. Pour le cas des réactions impliquant un greffage sur les groupes hydroxyles par exemple : la stabilisation est due à la réduction des sites accessibles capables de se lier à des molécules d'eau par la formation des liaisons hydrogène, mais également à l'effet de gonflement résultant du greffage. Pour le cas des composites bois-polymère, la stabilisation est due soit à des réactions de réticulation des polymères du bois limitant le gonflement des parois, soit à la capacité de remplir des vides cellulaires des polymères limitant ainsi l'accessibilité à l'eau et aux microorganismes.

I.9.e.1. Traitement thermique du bois

Les traitements à haute température consistent en une pyrolyse ménagée du bois ayant lieu entre 140 et 260 °C, sous atmosphère pauvre en oxygène ou bien en une immersion dans un ou des bains d'huiles végétales chaudes. Plusieurs réactions chimiques ont lieu pendant le traitement modifiant considérablement la structure du bois et entraînant l'amélioration de sa résistance.

Le bois traité à haute température est plus hydrophobe (diminution de l'hygroscopicité) et plus résistant aux agents biologiques de dégradation. Lors de la compression, il voit sa stabilité dimensionnelle améliorée ([Kamden et Pizzi, 2002](#)). Toutefois les modifications ayant lieu pendant le traitement, affaiblissent le matériau de manière significative, entraînant une diminution des propriétés mécaniques (diminution de la résistance à la flexion statique, diminution de la résistance aux chocs) ([Ouras et al., 2002](#) ; [Leitjen, 2004](#)).

a. Traitement du bois par oléothermie

Ce procédé d'imprégnation avec des formulations à base d'huiles végétales (lin, arachide, ...) a été développé par la société Oléobois (Vendargues, France). Il s'effectue en deux étapes. La première consiste à immerger la pièce de bois dans un bain d'huile à une température comprise entre 160 et 200°C. L'eau contenue dans les cellules s'évapore en générant une surpression à l'intérieur du bois. La vapeur ainsi créée, est évacuée principalement dans l'axe des fibres. Dans une deuxième étape, le bois est trempé dans un bain d'huile froid. Le

refroidissement induit la condensation de l'eau, ce qui génère une dépression à l'intérieur du matériau. Cette dépression induit à son tour la pénétration de l'huile du bain froid dans les pores du bois (Grenier *et al.*, 2003). Selon les données industrielles, le bois traité par oléothermie possède un fort caractère hydrophobe, une bonne stabilité dimensionnelle et est enfin moins sensible aux facteurs environnementaux. Il est adapté à des usages en classe 3, mais reste sensible en classe 4.

b. Traitement par jet d'azote

Zerriaa (2016) a fait une étude de faisabilité technologique d'enrichissement d'un substrat de bois par des charges, aux propriétés physiques et chimiques données, incorporées par voie physique au moyen d'un procédé innovant qui est le procédé de jet d'azote à haute pression installé dans la plateforme expérimentale du CRITT-TJFU. Ce traitement consiste à conférer aux particules des vitesses élevées (400-700 m/s) par la seule action de la pression hydrodynamique du flux d'azote, sans apport de chaleur. Le bois traité par la technologie du jet d'azote acquiert de nouvelles propriétés et s'enrichit par rapport à son état naturel.

I.9.e.2. Modification chimique

a. L'acétylation

L'acétylation est la réaction de l'anhydride acétique sur les constituants du bois. Elle a lieu en présence ou non d'un catalyseur ou d'un solvant de gonflement (Hill *et al.*, 2000 ; Hill et Papadopoulos, 2002). L'anhydride transfère un motif acétyle au niveau des groupements hydroxyles de la cellulose, des hémicelluloses, de la lignine, des extractibles et des tanins, rendant le bois moins hydrophile (figure 29).

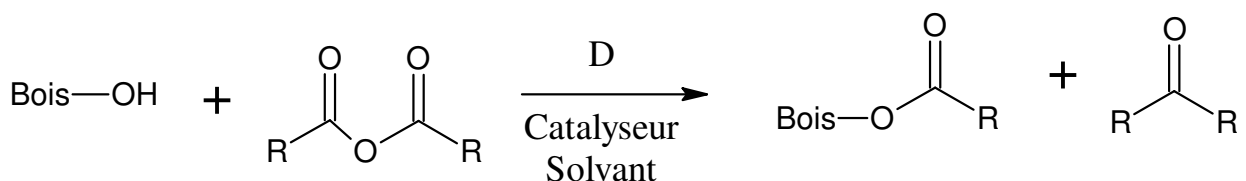


Figure 29 : Réaction de l'anhydride acétique sur les groupements hydroxyles du bois

b. La furfurylation

Partie 1 : Etat de l'art

Le bois furfurylé, de couleur très sombre, est mécaniquement plus résistant que le bois non traité. Sa stabilité dimensionnelle est aussi améliorée ainsi que sa résistance aux champignons (Lande *et al.*, 2004 b ; Aurélia Imbert, 2017). Cette durabilité conférée n'est pas liée spécialement à la présence d'alcool furfurylique mais plutôt à la modification chimique de la paroi cellulaire ce qui empêche la reconnaissance du substrat par les enzymes fongiques et permet le remplissage des volumes libres en bloquant les actions mécaniques. La résistance aux attaques de termites est également améliorée (Hadi *et al.*, 2005). Le greffage a pour cible les lignines (unités guaiacyles) et se fait de manière plus modérée sur les hémicelluloses (figure 30).

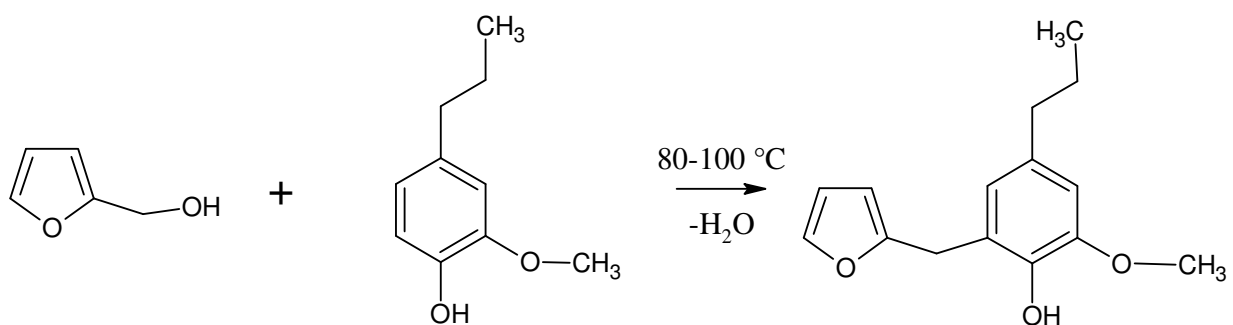


Figure 30: Réaction de l'alcool furfurylique sur une unité guaiacyle des lignines

c. Les traitements à base de résines thermodurcissables

Le traitement du bois par les résines [résines alkydes, résines urée/formol, résines de mélamine/formol (figure 31), résines phénol/formol, résines époxy, les isocyanates, résines phénol/formaldéhyde et résines polyuréthanes] permet une stabilité dimensionnelle plus améliorée du bois et également une bonne efficacité dans la préservation du bois (Nussbaum, 1994 ; Lukowsky, 2002 ; Furuno *et al.*, 2004 ; Moore *et al.*, 2007 ; Gabrielli et Kamke, 2010 ; Xavier Duret, 2013).

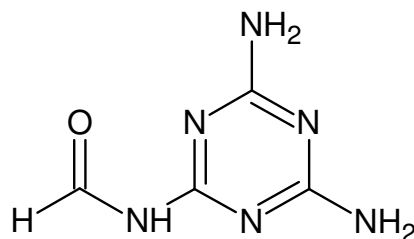


Figure 31: Monomère de mélamine/formol

d. Les silanes, les silicones et les silicates

Les différentes familles de procédés impliquant des composés qui contiennent du silicium sont : les procédés utilisant des silanes, les microémulsions et les procédés utilisant les silicates inorganiques.

Lorsque le taux d'humidité est fixé à 12%, le bois est imprégné avec des solutions de silanes pré-hydrolysés appelées « Sol », puis chauffé pour initier les réactions. Les bois sont alors résistants contre les champignons de la classe 3, mais sont peu stables (Donnath *et al.*, 2004 ; Tingaut *et al.*, 2005 ; Donnath *et al.*, 2006 ; Aaserud *et al.*, 2009).

Les microémulsions rendent le bois hydrophobe et un emploi en classe 3 est possible. En revanche, la stabilité dimensionnelle n'est pas améliorée (Weigenand *et al.*, 2007 ; Lhumeau, 2015).

Et les procédés utilisant les silicates inorganiques, mise à part le fait de diminuer le caractère hygroscopique du bois, sa résistance au feu, de modifier sa couleur et d'améliorer sa stabilité dimensionnelle, le traitement confère au bois une barrière contre les agents de dégradation biologique en classe d'emploi 3 (Mai et Militz, 2004).

e. Traitement du bois à base des extractibles ou des huiles essentielles

Une autre possibilité pourrait consister en l'exploitation des matières extractibles présentes naturellement dans les essences de bois durable. Pour cela, de nombreuses études ont porté sur des matières actives alternatives dérivées de matières premières naturelles renouvelables (Verma *et al.*, 2009 ; Torres *et al.*, 2003 ; Onuorah, 2000 ; Céspedes *et al.*, 2005 ; El Ajjouri *et al.*, 2010 ; Kadir *et al.*, 2014). Ces études se sont concentrées sur les matières extractibles du bois, dont certaines ont des propriétés comparables à celles des agents de conservation synthétiques (Isman et Machial, 2006). Certaines essences de bois résistent naturellement aux attaques des termites en raison de leur forte teneur en composés extractibles qui font partie de leur système de défense naturel (Verma *et al.*, 2009). Karmen et collaborateurs en 2003 ont proposés l'utilisation des composés aromatiques des huiles essentielles comme agents antifongiques. En effet, ils ont prouvé que des composés comme le thymol, le carvacrol et le cuminaldéhyde montrent une forte activité contre *T. versicolor* et *C. puteana* avec des concentrations d'inhibition minimales de quelques mMol/l. Nakayama *et al.*, 2001 ont proposé l'utilisation de la résine de Guayule, plante très résistante aux attaques fongiques,

Partie 1 : Etat de l'art

dans la préservation du bois. [Palanti et Susco \(2004\)](#) ont utilisé comme produit de préservation de bois un mélange d'huile et de Tébuconazole ou du Propiconazole et ont obtenu des pertes de masse, représentant l'état de dégradation du bois après attaques fongiques, inférieures à 5% après exposition à *T. versicolor* et *R. placenta*.

Malgré les nombreux avantages techniques du bois en tant que matériau, il présente plusieurs inconvénients liés à sa structure chimique. Le bois est justement très sensible aux variations d'humidité, aux attaques de certains organismes vivants (champignons, insectes et bactéries) et aux rayons ultraviolets.

Nous savons que la plupart des inconvénients du bois sont liés à sa structure chimique, il est donc possible de les éliminer, ou du moins les limiter, en modifiant directement la structure moléculaire des polymères lignocellulosiques qui le constituent par greffage chimique ([Rowell, 1984](#), [Hon, 1996](#) et [Hill, 2007](#)).

Le bois traité par les produits de synthèses issus des ressources fossiles perd non seulement son caractère écologique. A cela, s'ajoutent, les limitations et/ou les interdictions de certains de ces produits de synthèses, conduisant alors à la recherche de nouveaux produits de préservation du bois à partir des matières premières renouvelables et biodégradables qui auront des propriétés similaires à celles des produits de synthèse.

Raison pour laquelle, de nombreux chercheurs dans le domaine de la préservation du bois travaillent sur l'élaboration de solutions alternatives aux produits toxiques, soit par l'extraction des ressources naturelles, comme les extractibles d'essences de plantes ou de bois durables et d'en imprégner dans les essences peu durables ou des aubiers ([HaluK et Roussel, 2000](#)), soit par des recherches de l'activité biologique des huiles essentielles, des tropolones et des stilbènes sur les champignons d'altérations du bois ([Diouf et al., 2002](#) ; [Sheng et al., 2005](#) ; [Vina et Clausen, 2006](#)). Il est nécessaire de préciser que les solutions recherchées devront constituer une alternative efficace et économiquement viable tout en respectant les normes en termes de toxicité et les contraintes environnementales.

Parmi elles, nous avons choisi les résines (exsudats) de plantes pour faire du bio mimétisme, car les plantes en produisent pour cicatriser leurs blessures. De plus, certains auteurs considèrent le mécanisme d'exsudation comme un moyen de protection en réponse à des lésions mécaniques ou à des invasions microbiennes ([Marques & Xavier-Filho, 1991](#)).

II. Généralité sur les essences, les oléorésines et les huiles essentielles

La forêt gabonaise est riche et diversifiée en plantes aromatiques et médicinales susceptibles d'être utilisées dans différents domaines (pharmacie, parfumerie, cosmétique, agroalimentaire) pour leurs propriétés thérapeutiques, organoleptiques et odorantes ou encore pouvant être utilisées comme source d'isolats pour les hémisynthèses. Ces plantes sont à l'origine l'élaboration de produits à forte valeur ajoutée (huiles essentielles, extraits, résines...) qui se présentent toujours comme des mélanges complexes dont il convient d'analyser la composition avant leur éventuelle valorisation. La famille des *Burseraceae* fait partie des espèces végétales qui produisent une quantité abondante de résines.

II.1. Contexte forestier gabonais

Le Gabon a une superficie de 267 000 km² et environ 1,8 million d'habitants. La forêt gabonaise couvre 80 % du territoire national. Elle est riche d'une biodiversité exceptionnelle tant pour les arbres que pour la flore renfermant environ 8000 espèces de plantes et plus de 400 essences potentiellement exploitables (De Wasseige *et al.*, 2012, Ageos, 2016). Plusieurs essences de bois restent méconnues des industrielles et des chercheurs en Sciences du bois au Gabon. L'Okoumé (*A. klaineana*) est l'espèce emblématique qui a retenu l'attention des exploitants et des industriels pour ses excellentes qualités de déroulages et est donc très appréciée dans la production des placages et contreplaqués. C'est une espèce présente sur les trois quarts du territoire. Son aire ne déborde qu'assez peu au-delà des frontières, celle de la Guinée Équatoriale au nord, du Congo Brazzaville au sud, si bien que le Gabon s'est longtemps confondu avec le pays de l'Okoumé. Elle a représenté la richesse principale de la colonie, avant de s'effacer au tournant de l'indépendance devant le pétrole et les minerais (manganèse, uranium). La situation privilégiée de l'Okoumé a *de facto* scindé la possibilité forestière en deux groupes. L'Okoumé (*A. klaineana*) et l'Ozigo (*D. buettneri*) d'une part, et d'autre part, les bois divers regroupant les autres essences telles que l'Aiélé (*C. schweinfurthii*). Le Safoutier (*D. edulis*) ou l'Atangatier au Gabon est planté essentiellement pour ses fruits. La forêt gabonaise est une ressource renouvelable à cause d'un climat pluviométrique avantageux. Avec la décision d'interdiction d'exportation des grumes en 2009 et la diversification de l'industrie bois, les conséquences directes qui en découlent, sont la

production importante de déchets du bois. La valorisation de ce gisement déchets du bois et l'extraction des biomolécules à fort potentiel dans les différentes parties des arbres (écorces, racines, aubiers, duramens, feuilles, sciures, copeaux, résines etc.) peuvent donner une valeur ajoutée à cette diversification. Cette forêt reste donc l'un des socles durables de l'économie gabonaise lorsque les puits de pétrole vont tarir (Pourtier, 2004).

II.1.a. *Aucoumea klaineana* Pierre : caractères botaniques et biodiversité

L'*A. klaineana* est une essence qui appartient au genre *Aucoumea* et de l'espèce *klaineana* (figure 32 a). Il a plusieurs noms commerciaux officiels à savoir : Okoumé (France), Gaboon (Angleterre), son nom scientifique est *Aucoumea klaineana* Pierre.

C'est un arbre essentiellement présent au Gabon qui a une aire très restreinte et se retrouve au nord sur une partie de la Guinée espagnole et au sud dans la portion occidentale du Moyen-Congo. Il atteint son maximum de fréquence dans la région côtière. L'*A. klaineana* est une essence des forêts de type équatorial, d'origine secondaire, qu'elle colonise ; elle forme des peuplements naturels presque purs sur les plantations abandonnées et elle se régénère facilement sur les anciens chantiers de coupe. On la trouve abondamment sur les confins de la grande forêt où elle reste disséminée et se régénère mal. A partir de 200 mètres d'altitude les peuplements denses deviennent rares et les arbres sont de moins belle venue ; à partir de 500 mètres l'Okoumé croit de manière isolé et sa forme devient franchement défectueuse (Walker et Sillans, 1961 ; White et Abernethy, 1996).

Son fût cylindrique est rarement très droit, mais donne en moyenne 8,5 m³ de bois commercial en 2 ou 4 billes. La couronne très large est formée de branches dressées sinueuses, très ramifiées et la cime globuleuse prend une teinte rouge vif en octobre ou en décembre-janvier (Walker et Sillans, 1961 ; White et Abernethy, 1996).

Son écorce est lisse de teinte généralement rouge de vin avec des lichens en taches horizontales blanches, jaunes, brunes ou rouges dans le jeune âge, puis craquelée et se détache en grandes écailles épaisses, allongées verticalement, de teinte brun rougeâtre. L'écorce blessée laisse exsuder une résine poisseuse grisâtre qui devient opaque en se solidifiant.

Sa résine (oléorésine) de couleur blanchâtre brûle très bien, elle répand une forte odeur de térébenthine et se solidifie sous forme d'amas blancs et durs. Le feuillage diffus, est léger, d'un vert grisâtre. Les feuilles sont composées, imparipennées et alternes. La partie centrale du fruit est creusée de 5 dépressions, opposées aux valves, contenant chacune 1 graine ailée. La graine à cotylédons épais et contournés, de forme triangulaire, large de 8 mm, est prolongée par une aile en forme de lame de 30 x 6 mm (Walker et Sillans, 1961 ; White et Abernethy, 1996).

II.1.b. *Canarium schweinfurthii* Engl : caractères botaniques et biodiversité

Appartenant au genre *Canarium* et de l'espèce *schweinfurthii*, il a plusieurs dénominations. L'Aiélé est la dénomination commerciale officielle. Le nom scientifique est *C. schweinfurthii* Engl et les synonymes sont *C. occidentale* A. Chev. et *C. khiala* A. Chev.

C. schweinfurthii est une *Burseraceae* dont l'aire géographique est très étendue en Afrique (Berhaut, 1967 ; Vivien *et al.*, 1985 ; Tchouamo 2000 ; Tchiegang 2001). L'Aiélé est signalé en Guinée forestière, dans des stations densément boisées (Carrière, 1994). Il est disséminé dans toute la forêt secondaire gabonaise.

C. schweinfurthii Engl est une variété de grand arbre à feuilles composées, à nombreuses nervures latérales prédominantes (figure 32 b). Les fruits sont comestibles. Cette plante oléagineuse est d'une grande richesse culturelle. Elle donne une résine blanc-verdâtre, à odeur de térébenthine. Elle possède de légers contreforts. Les jeunes rameaux sont couverts de duvet. Les feuilles sont composées, impaires, en rosettes à l'extrémité des rameaux. Les petites fleurs sont verdâtres. Le fruit est drupacé, ovoïde : petite prune de teinte violacée, à maturité. L'écorce est grisâtre, fortement crevassée. D'après Tchiegang (2001) et Tchouamo (2000), le bois de *C. schweinfurthii* est blanc-rosé et très tendre. Les fruits se mangent comme ceux de *D. edulis*, mais, mettent plus de temps à cuire. La pulpe de fruits peut contenir 30 à 50 % d'huile suscitant un intérêt, les fruits sont consommés ramollis ou pour accompagner les féculents par les populations (Njoukam, 1998). L'huile est utilisée pour la fabrication des shampoings, cirages ou comme biocarburants (Agbo, 1992 ; Kapseu 1996 ; Ajiwe 2000 ; Tchiegang, 2001).

Au Gabon, selon Aubreville (1959), sa résine est plus souvent employée pour faire des torches « torches indigènes ». Pour Burkill (1985), sa résine sert de fumigène pour éloigner les

moustiques. On l'utilise en médecine traditionnelle pour le traitement de diverses maladies telles que des plaies et infestions microbiennes, selon [Kerharo \(1974\)](#). Elle est également utilisée pour ses propriétés émoullientes, stimulantes et diurétiques. [Walker et Sillans \(1961\)](#) nous renseignent que son bois, est débité en planches ou sert à fabriquer les pirogues utilisées par les populations locales.

II.1.c. *Dacryodes buettneri* H.J. Lam : caractères botaniques et biodiversité

Tout comme les deux autres essences précédemment décrites, *D. buettneri* appartient au genre *Dacryodes* et de l'espèce *buettneri*, elle possède plusieurs dénominations dont le nom officiel est l'Ozigo et son nom scientifique est *D. buettneri* H.J. Lam. (figure 32 c).

D. buettneri est une essence caractéristique de l'ouest de l'Afrique centrale, où sa répartition naturelle est très proche de celle d'*A. klaineana*. Elle est présente principalement au Gabon et en Guinée-Equatoriale. [Todou et Doumenge \(2008\)](#), nous expliquent que de petits peuplements ont été localisés dans le sud du Cameroun, autour de la boucle du fleuve Dja, ainsi que le long de la frontière sud ; de là, son aire de répartition s'étend jusqu'aux régions du nord du Congo. Cette essence est également présente dans le sud du Congo (Mayombe)

D. buettneri est présente dans la forêt sempervirente dense et humide de basses terres (jusqu'à 700 m d'altitude) ([Caballé, 1978](#) ; [Louis et Fontès, 1996](#) ; [Senterre, 2005](#)). Il pousse bien sur les sols bien drainés des climats équatoriaux ou subéquatoriaux où la pluviométrie annuelle moyenne est de 2000-3000 mm. Il est toujours moins abondant près de la côte et sur les sols sableux qu'à l'intérieur des terres et sur les sols argileux. [Todou et Doumenge \(2008\)](#), nous indiquent dans leurs travaux qu'au Gabon, *D. buettneri* est un arbre de la strate forestière supérieure, très commun dans la partie est du bassin sédimentaire côtier dans les forêts d'*A. Klaineana* et de *Desbordesia glaucescens* et de diverses espèces de *Caesalpinaceae*.

D. buettneri est un grand arbre dioïque, de taille moyenne, atteignant 40-50 m de haut ; dépourvu de branche sur 20 m de hauteur, atteignant 150 cm de diamètre, l'écorce externe est de couleur jaune d'or, l'écorce interne est par contre rosée, son écorce externe s'écaille, ses branches sont emmêlées et a un feuillage sombre de teinte brune vu du dessous. *D. buettneri* est une essence qui exsude lentement une résine translucide en assez grande quantité, à odeur de térébenthine-camphrée. Les fleurs sont en grappes et les fruits sous

forme de prunes bleues. Le bois à grain fin est constitué de teinte grisâtre avec reflets brillants. *D. buettneri* n'est pas cultivé. C'est un arbre à fût droit et cylindrique, muni de légers accotements à la base. Le bois mi-dur, gris, se travaille comme l'*A. klaineana*, commun dans la forêt (Hecketsweiler, 1992 ; Todou et Doumenge, 2008).

Son bois est important au Gabon et en Guinée Equatoriale. Le bois de *D. buettneri* s'emploie surtout pour le contreplaqué, mais il peut être scié en planches destinées aux menuiseries intérieures, aux meubles, aux charpentes, aux moulures, aux parquets, aux escaliers intérieures, aux châssis de véhicules, aux coques de bateaux, aux caisses et aux perches. Localement le bois est utilisé pour faire des pirogues (Raponda-Walker et Sillans, 1961 ; Vivien et Faure, 1985 ; White et Abernethy, 1996). Au Gabon, *D. buettneri* est une essence importante, puisque c'est un arbre fruitier. En effet, ses fruits ressemblent à ceux du *D. edulis*, mais ils sont plus petits. La pulpe huileuse est consommée dans certains endroits après avoir fait tremper le fruit dans de l'eau bouillante pendant environ une minute (Raponda-Walker et Sillans, 1961). La poudre d'écorce est utilisée en médecine dans le traitement des brûlures. La résine s'applique sur les abcès et fait office de désinfectant et d'astringent (Raponda-Walker et Sillans, 1961 ; Todou et Doumenge, 2008).

II.1.d. *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam : Caractère botaniques et biodiversité

Cette essence appartient au genre *Dacryodes* et de l'espèce *edulis*, elle a plusieurs noms, dont ceux couramment utilisés sont l'Atangatier et le Safoutier, ses noms scientifiques sont *Pachylobus edulis* G. Don ou *D. edulis* (G. Don) H.J. Lam. On peut la voir dans la figure 32 d.

D'après Bourdeault (1971) et Silou (1996), *D. edulis* est un arbre endémique du golfe de Guinée dont l'aire de distribution s'étend de la Sierra Leone jusqu'à l'Est de l'Ouganda. C'est une essence semi-domestiquée qui s'est diffusée hors de la distribution originelle, dans une vingtaine de pays (Verheij, 2002). C'est un arbre fruitier très cultivé en milieu traditionnel africain, dans les zones équatoriales, tropicales humides ou tropicales d'altitude. C'est une plante extrêmement rustique qui s'accommode d'une vaste gamme de conditions d'ensoleillement, de température, de pluviométrie et de sol (Kengué, 1990). Elle est cultivée dans plusieurs pays d'Afrique tropicale : Angola, Cameroun, Congo-Brazzaville, République de Centre-Afrique, République Démocratique du Congo, Gabon, Nigéria, Guinée-Equatoriale et République de Sao-Tomé et Principe. Mais c'est en Afrique Centrale (Cameroun, Gabon,

Partie 1 : Etat de l'art

Congo-Brazzaville et Congo-Kinshasa) et au Sud du Nigéria que sa présence est la plus observée.

D. edulis est un arbre pouvant dépasser 50 m de haut. La base dans son tronc légèrement cannelé peut avoir un diamètre de 15 m et est munie de contreforts arrondis. Son écorce est jaune et dorée et se détache en longues et fines lamelles. Ses feuilles alternes, entières, coriaces, possèdent 5 à 8 folioles asymétriques à base, vert luisant sur le dessus jaune doré sur le dessous. Cette essence fleurit de Septembre à Novembre et se couvre alors de bouquets denses de petites fleurs dorées. Les fruits sont d'abord verts, puis rougeâtres pour devenir noirs bleutés ou, en maturité, sont violacés, comestibles et vendus sur le marché.

Son écorce blessée laisse exsuder une résine limpide qui devient opaque en se solidifiant. Sa résine brûle également très bien, et répand une forte odeur et se solidifie sous forme d'amas blancs et durs. Le bois d'un beau rouge, est un peu plus foncé au cœur ([Walker et Sillans, 1961](#) ; [White et Abernethy, 1996](#)). Son bois convient très bien à la fabrication de contreplaqué, il est utilisé pour les membrures des embarcations. On s'en servait autrefois pour fabriquer une boisson fermentée. L'écorce pulvérisée est appliquée sur les plaies au Gabon, elle est vomitive et pesticide. La résine du Safoutier permet de fabriquer les torches lors des rites d'initiations ou les fumigènes pour éloigner les moustiques ([Burkill, 1994](#) ; [Mpiana et al., 2007](#)).

D. edulis est une essence qui est plantée tout d'abord pour ses fruits qui se consomment cuits à l'eau ou sur braises. Les huiles de Safou (nom donné aux fruits) servent à la consommation et à l'élaboration des produits cosmétiques ([Kapseu, 2009](#)). [Tabuna et Tanoe \(2009\)](#) rapportent qu'au Cameroun, l'huile essentielle de Safou est utilisée comme ingrédient entrant dans la fabrication des cosmétiques et dans l'aromathérapie, notamment dans le massage appliqué pour soigner le rhumatisme. Selon [Law \(2010\)](#) l'huile de Safou pourrait être aussi exploitée pour la fabrication de biocarburant grâce à son potentiel énergétique.

En pharmacopée traditionnelle, la résine, les racines, les feuilles et l'écorce intègrent de nombreuses recettes thérapeutiques pour le traitement des plaies, de l'anémie et de la dysenterie, des troubles du tractus digestif, des maux de dents et d'oreilles, et de la lèpre ([Raponda-Walker et Sillans, 1961](#)).



Figure 32: Les quatre essences gabonaises dont les oléorésines ont été étudiées a) *A. klaineana* ; b) *C. schweinfurthii* ; c) *D. buettneri* ; d) *D. édulis*

II.2. Les oléorésines (exsudats des plantes)

Une oléorésine est une sécrétion naturelle telle que les exsudats des conifères, des copaiers et des élémis, formée d'une essence et de la résine résultant de l'oxydation de cette essence. On la recueille par incision du tronc. Il existe cependant une confusion avec d'autres exsudats végétaux. En effet les gommés, les mucilages ou les latex sont souvent considérés dans la

Partie 1 : Etat de l'art

littérature, comme étant des synonymes du terme résine, ce qui n'est pas vrai. Il est donc nécessaire de caractériser ces divers exsudats et de redéfinir clairement le terme de résine.

C'est dans les années 1940-1950, avec l'avancée des techniques de chromatographie et de spectrométrie qu'on a commencé à se préoccuper de la composition chimique des résines. Grâce aux progrès en microscopie électronique, on a également commencé à comprendre le fonctionnement des structures sécrétrices des résines ainsi que leurs fonctions au sein de la plante. Les constituants de ces sous-produits forestiers ont alors pu être caractérisés, permettant de ce fait distinguer clairement les résines des autres exsudats végétaux.

Selon [Langenheim \(2003\)](#), les résines correspondent à des mélanges liposolubles, de terpènes et/ou de composés phénoliques secondaires, sécrétés par des structures spécifiques situées indépendamment à l'intérieur ou en surface d'un végétal. [Mills and White \(1977\)](#) montrent que ces substances, plus ou moins visqueuses et obtenues par exsudation naturelle ou provoquée, durcissent au contact de l'air. Ce durcissement se fait par évaporation de la fraction volatile et ou par polymérisation oxydative partielle de certains composés, selon les espèces. Cette résine sous forme solide ou semi-solide protège la zone blessée du tronc de la plante.

C'est souvent dans le sol au pied d'un arbre que les blocs de résine exsudée sont parfois ensevelis. On parle alors de façon erronée de « résines fossiles ». La fossilisation des résines se déroulant sur des temps géologiques, il s'agit en réalité simplement de résine, au même titre que celle qui s'écoule très lentement à la surface de l'écorce d'un végétal ?. Par exsudation, la résine s'accumule à la surface de l'écorce et par l'effet de la gravitation, forme progressivement des stalactites de matières qui, à un moment donné, cassent et tombent à la base de l'arbre.

Pour [Burger \(2008\)](#), le terme général résine s'applique en réalité aux résines terpéniques, car elles sont constituées de terpènes.

Les résines phénoliques ou exsudats balsamiques encore appelés baumes sont caractérisés par la présence de molécules ayant un noyau benzénique. Diverses voies métaboliques entrent dans leur synthèse. Elles sont produites par l'espèce *Myroxylon balsamum* de la famille des *Fabaceae* (Amérique Centrale) et par les espèces du genre *Xanthorrhoea* de la famille des *Xanthorrhoeaceae* (Australie) ([Burger, 2008](#)). Pour [Langenheim \(2003\)](#), les résines

Partie 1 : Etat de l'art

phénoliques constituent une source importante de biomasse pour des fuels et entrent souvent dans la composition des remèdes employés en médecine traditionnelle, malgré le fait que la majorité des résines commercialisées soient de nature terpénique. Les gommés sont des matières visqueuses, qui ne sont sécrétées que par certaines plantes, à savoir des arbres appartenant aux familles des *Leguminosae/Fabaceae* et des *Sterculiaceae*. Elles sont le résultat du processus de gommose qui se produit suite à des traumatismes tels que la sécheresse, des affections fongiques ou bactériennes, des attaques d'insectes ou encore des blessures mécaniques, telles que des incisions (Fahn, 1979 ; Whistler, 1993).

La gomme contrairement à la résine, une fois exsudée, en entrant en contact avec l'écorce, absorbe les tanins et prend une couleur jaune. A cela s'ajoute sa tendance à durcir et à présenter, un aspect similaire à celui des résines (Langenheim, 2003). Il faut noter que certaines plantes produisent à la fois de la gomme et de la résine ; c'est le cas des espèces appartenant au genre *Commiphora*, de la famille des *Burseraceae* (Bhatt, 1989 ; Langenheim, 2003).

Ici, nous essaierons de donner une idée générale sur les tissus conducteurs et sécréteurs des plantes suivis du phénomène d'exsudation, les différents types d'exsudats, de leurs propriétés physico-chimiques, leurs constituants chimiques et enfin de leurs utilisations. On peut voir l'exsudat frais de *D. buettneri* dans la figure 33.



Figure 33: Oléorésine (résine brute) de *D. buettneri*

II.2.a. Les tissus conducteurs et sécréteurs des plantes vasculaires

Ce sont des méristèmes, tissus qui se forment à partir de jeunes cellules indifférenciées. Ces tissus sont des groupements de cellules plus ou moins différenciées, qui ont perdu le pouvoir de se diviser et qui remplissent une fonction déterminée.

II.2.a.1. Les tissus conducteurs

Ils constituent un système continu de tissus dans la plante, assurent la conduction de l'eau, des sels minéraux et des substances nutritives. On en distingue deux sortes :

- ✓ le xylème (ou bois), qui assure le transport de la sève brute ou sève minérale (solution aqueuse très diluée de sels minéraux puisés dans le sol). Les éléments caractéristiques du xylème peuvent être soit les trachéides ou les vaisseaux ligneux,
- le phloème (ou liber) qui assure le transport de la sève élaborée depuis les feuilles vers le reste de la plante. Le phloème des plantes à fleurs est composé de cellules à parois transversales percées de pores appelées cellules criblées.

II.2.a.2. Les tissus sécréteurs

Les tissus sécréteurs, sont des tissus qui se produisent chez la plupart des plantes vasculaires. Ils sont très variés, et inégalement répartis entre les familles végétales. Ils ne forment pas un tissu au sens strict du mot. Leurs origines ne sont jamais communes et il n'y a pas de continuité morphologique entre eux. Seule la fonction identique de ses éléments permet de définir un tissu sécréteur ([Ghestem et al., 2001](#)).

On peut en distinguer les suivantes :

- ✓ les cellules épidermiques,
- ✓ les poils sécréteurs,
- ✓ les cellules sécrétrices internes,
- ✓ les canaux sécréteurs,
- ✓ les laticifères.

Les poches sécrétrices ou canaux sécréteurs qui sont des organes sécréteurs internes, désignés, suivant leurs caractères et leurs dimensions donnent naissance et sont des lieux où s'amassent les substances résineuses, qui sont, elles, des produits physiologiques pour la

Partie 1 : Etat de l'art

plupart des cas, (Cordemoy, 1911). Par exemple, certaines gymnospermes, tels que les pins, produisent des exsudats résineux qui recouvrent les blessures, protégeant les arbres contre les détériorations et les maladies. La figure 34 montre les canaux résinifères dans lesquels circulent les exsudats résineux. La résine circule dans les canaux résinifères présents dans le xylème, le phloème et le périoderme.

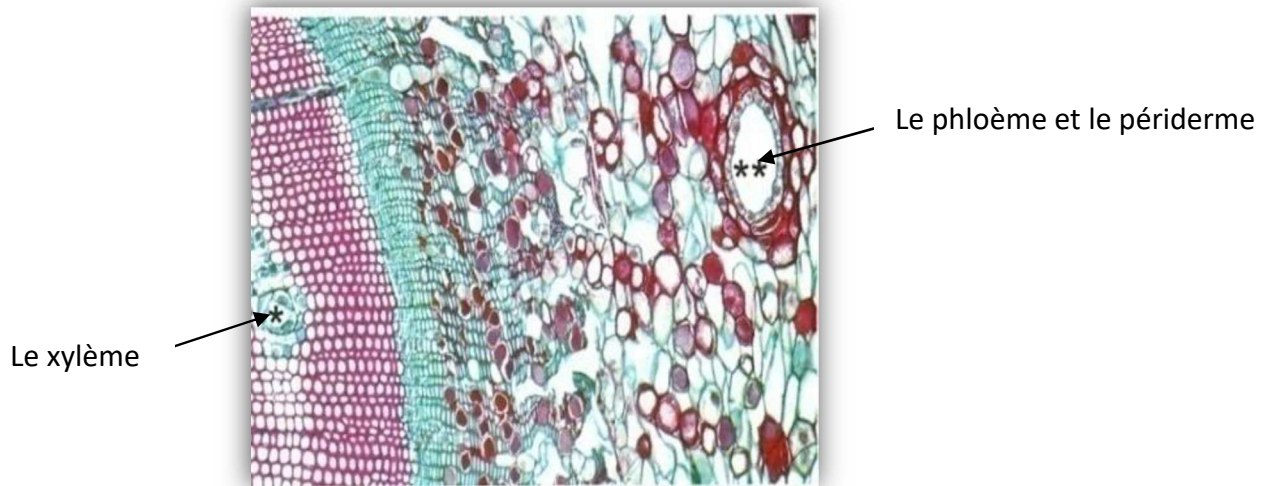


Figure 34: Canaux résinifères chez les pins (Nabors, 2009)

II.2.b. Les phénomènes d'exsudation chez les arbres

Selon Santiago-blay & Lambert (2007), l'exsudation est très fréquente à la fois dans l'espace et dans le temps à travers le monde végétal. Toutefois ce phénomène reste mal connu car toujours difficile à expliquer de façon certaine. Les exsudats peuvent avoir une double origine. Le plus souvent ils proviennent, dans les conditions normales de la végétation, comme de véritables produits de sécrétion localisés dans certains tissus ou accumulés, en quantité relativement faible, dans des organes spéciaux, différenciés au double point de vue anatomique et physiologique (Cordemoy, 1911). Par exemple les travaux réalisés par Vassal (1972) ont montré la présence des exsudats gommeux dans le cytoplasme, ce qui laisse croire qu'il s'agit bien des produits d'excrétion d'origine naturelle. Ces substances exsudées se forment également par destruction d'éléments histologiques et s'écoulent, de fois en abondance, au niveau des blessures ou plaies accidentelles, ou encore par des incisions ou « saignées » faites au niveau du tronc, de la tige ou de la racine, de la plante (Cordemoy, 1911).

Partie 1 : Etat de l'art

Le rôle physiologique que jouent les exsudats au sein de la plante n'est pas encore bien défini. Selon [Santiago-blay & Lambert \(2007\)](#), l'exsudation est un mécanisme naturel qui permet aux plantes de cicatriser leurs blessures. Ajouté à cela, certains auteurs le considèrent comme une protection en réponse à des lésions mécaniques ou d'invasions microbiennes ([Marques & Xavier-Filho, 1991](#)). Certains exsudats, ceux du type latex notamment, ont été rapportés comme impliqués dans les interactions plantes-insectes et dans la défense contre les agents microbiens ainsi que les insectes herbivores ([Lewinsohn 1991 ; Ramos et al., 2010 ; Konno, 2011](#)).

La figure 35 ci-après montre les différents rôles que peuvent avoir un exsudat résineux au sein d'un arbre à savoir :

a = la résine exsudée par les arbres sert à combler d'éventuelles fissures dans le bois, b = elle sert à combler des fissures entre l'arbre et l'écorce, c = elle crée des poches à l'intérieur du tronc, d = crée des poches à l'intérieur de l'écorce, e = la résine sert aussi de pansement pour le bois, f = elle s'épanche sur le tronc, g = elle s'étale en couche autour du tronc, h = la résine qui goutte forme des « glaçons », i = elle forme des renflements, j = elle forme des « stalactites » .

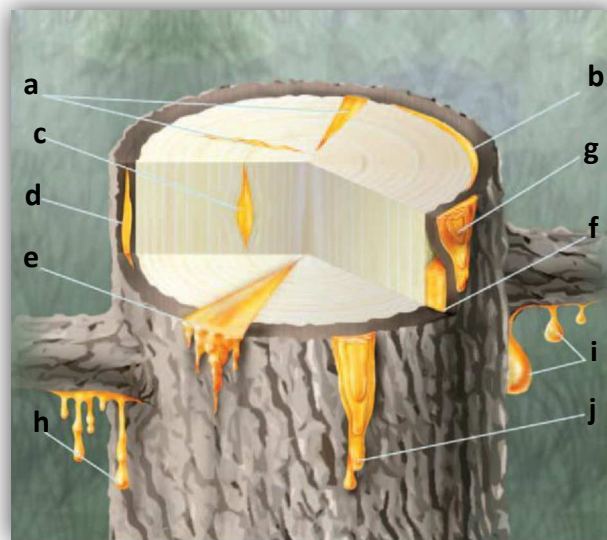


Figure 35: Illustration des différents rôles des exsudats chez un arbre ([Santiago-blay & Lambert, 2007](#))

II.2.b.1. Les différents types d'exsudats des plantes

Les exsudats des plantes sont des substances complexes qui peuvent être subdivisées en plusieurs groupes qui sont les suivantes :

- ✓ les latex,
- ✓ les gommes,
- ✓ les exsudats résineux,
- ✓ les exsudats résineux obtenus sous forme de mélange (gommes-résines).

II.2.b.2. Les exsudats résineux

Les exsudats résineux et les gommes, sont produits par un nombre considérable d'espèces végétales, appartenant aussi bien à la flore des climats chauds qu'à celle des pays tempérés ([Cordemoy, 1911](#)). L'utilisation exacte du terme résine est très confuse, malgré une littérature riche sur les exsudats résineux, ce qui reflète la complexité du monde des résines ([Langenheim, 2003](#)). Le terme résine n'a pas de signification bien précise ; il s'applique soit à de véritables oléorésines (résine d'épicéa, de sapin), soit à des oléorésines durcies par la suite de transformations chimiques ou de l'évaporation de constituants liquides. Selon la norme NFT75-006, une résine est le résidu de la distillation d'une oléorésine naturelle ([Bruneton, 2002](#)). Dans notre travail, nous utiliserons le terme exsudats résineux pour désigner aussi bien les résines que des oléorésines des plantes. Selon [Colombini & Modugno \(2009\)](#), les exsudats résineux sont des mélanges liposolubles de composés terpénoïdes volatils et non volatils et/ou de composés phénoliques, qui sont sécrétés dans les structures spécialisées localisées soit à l'intérieur ou soit à la surface des organes de la plante. Les exsudats résineux sécrétés par les plantes peuvent être classés en deux sous-groupes : les exsudats résineux terpéniques et phénoliques.

Nos essences étant de la famille des *Burseraceae* et les élémis étant des exsudats résineux obtenus à partir des arbres de cette famille, nous allons donc développer uniquement les élémis.

II.2.b.3. Les élémis

Ce sont des oléorésines odorantes d'origines tropicales, extraites d'essences diverses et utilisées en pharmacie et dans l'industrie des vernis, des encres et des couleurs

lithographiques. Les élémis sont donc des exsudats résineux obtenus à partir des essences de la famille des *Burseraceae*, particulièrement du genre *Canarium*, *Dacryodes*, *Protium*, et *Bursera* (Langenheim, 2003).

a. Les élémis du genre *Canarium*

Le genre *Canarium* regroupe une centaine d'espèces d'arbres de la famille des *Burseraceae* originaires des régions tropicales d'Afrique et d'Asie. Ce sont de grands arbres sempervirents de 40 à 50 m de hauteurs, à feuilles alternes et pennées. Seulement un certain nombre d'espèces a été étudié de façon systématique (Cruz-Canizares *et al.*, 2005). Les élémis connus sous le nom d'élémi de Manille ont été longuement rapportés dans la littérature (Cordemoy, 1911 ; Langenheim, 2003 ; Cruz-Canizares *et al.*, 2005 ; Colombini & Modugno, 2009). Le plus connu d'élémi de Manille provient d'espèces des îles Philippines, particulièrement de *Canarium luzonicum*.

b. Les élémis du genre *Dacryodes*

Le genre *Dacryodes* regroupe près de 70 espèces distribuées dans les forêts tropicales humides de l'Asie du Sud, de l'Afrique et d'Amérique tropicale. Le bassin du Congo en Afrique centrale et la forêt atlantique de la Guinée en Afrique de l'Ouest sont les principaux domaines de distribution du genre *Dacryodes* (Onana, 2008). Les substances exsudées par ces plantes sont peu connues.

c. Les élémis du genre *Protium*

Ce genre compte environ 150 espèces réparties en Afrique, en Amérique du Sud et dans la région tropicale indo-asiatique. Les plantes appartenant à ce genre sont très connues pour leur capacité à produire des oléorésines. Pour Cordemoy (1911) l'espèce *Protium heptaphyllum* (Aubl.) des Antilles françaises donne une substance résineuse de couleur blanche, appelée encens blanc ou élémi du Brésil.

d. Les élémis du genre *Bursera*

Le genre *Bursera* regroupe une centaine d'espèces d'arbustes et d'arbres allant jusqu'à 25 m de haut. Ces espèces se répartissent du sud-ouest des Etats-Unis au Pérou (Langenheim,

2003). Ces plantes sont très résineuses et libèrent une odeur caractéristique de pin-citronnée quand une feuille ou une branche est cassée.

II.2.c. Les origines et voies de synthèse des composés d'exsudats résineux

Les composés des exsudats résineux prennent leur origine grâce à la photosynthèse. Le processus d'utilisation de l'énergie lumineuse pour convertir le CO₂ et l'H₂O en sucres se compose de deux séries de réactions : les réactions lumineuses et le cycle de Calvin. Le cycle de Calvin utilise l'ATP et le NADPH produits par les réactions lumineuses et le CO₂ de l'air pour produire de molécules sucres-phosphates à trois atomes de carbones qui deviennent les éléments de construction de molécules plus complexes (Nabors, 2009). Les composés terpénoïdes et phénoliques des exsudats résineux sont ensuite synthétisés *via* différentes voies métaboliques.

II.2.d. La composition chimique des élémis

Les analyses chimiques effectuées sur les élémis ont montré qu'ils sont constitués d'une partie volatile (mono et sesquiterpènes) et d'une fraction moins volatile (constituée de triterpènes). Les analyses publiées montrent une grande diversité de composition, variant en fonction de l'origine botanique et géographique des plantes.

a. Les élémis du genre *Canarium*

D'après plusieurs chercheurs, la composition chimique de ces élémis montre que les fractions résiniques et volatiles de ces substances sont constituées de différents composés (tableau 11).

Tableau 11 : Les principaux composés identifiés dans les exsudats de quelques espèces du genre *Canarium* (Elouma Ndinga, 2010).

Fraction volatile	Fraction peu volatile	Espèces	Références
terpinéol		<i>Canarium album</i>	[Bandaranayake, 1980]
élémicine	acide canarique		[Cruz-Canizares <i>et al.</i> , 2005; Bandaranayake, 1980]
élemol γ -eudesmol β -eudesmol	α -amyrine β -amyrine α -amyrénone β -amyrénone oléan-9(11),12-diène-3-ol ursa-9(11),12-diène-3-one ursa-9(11),12-diène-3-ol	<i>Canarium luzonicum</i>	
octylacetate(E) - nerolidol		<i>Canarium schweinfurthii</i>	[Koudou <i>et al.</i> , 2005]
Carvone élémente β -phellandrène α -pinène limonène	α -amyrine β -amyrine α -amyrénone β -amyrénone 3 β -hydroxyurs-12-èn-11-one 3 β -hydroxyoléan-12-èn-one oléan-12-ène-3,11-dione urs-12-ène-33,11-dione sitostérol taraxérol	<i>Canarium zylanicum</i>	[Bandaranayake, 1980]

b. Les élémis du genre *Dacryodes*

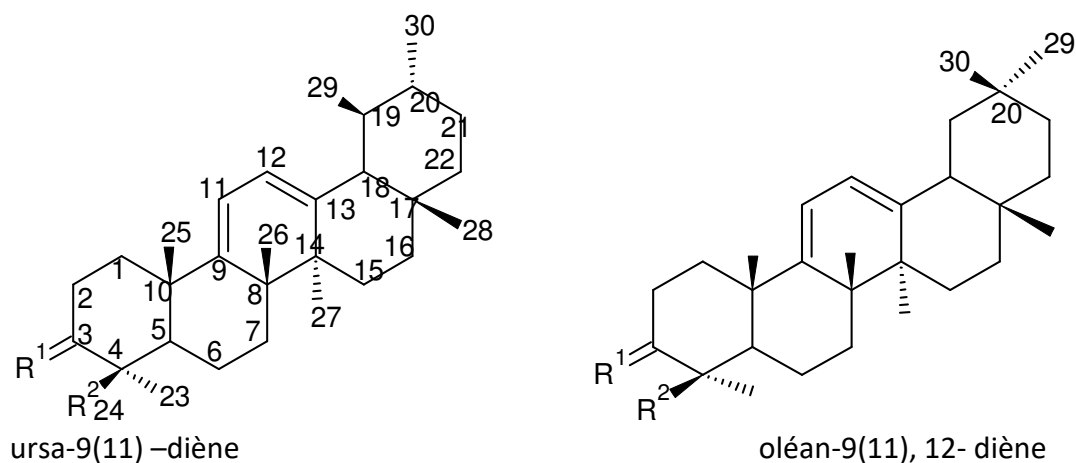
Parsons *et al.*, 1991 ont étudié l'exsudat résineux de *Dacryodes normandii* du Gabon. Ils ont identifié deux nouveaux triterpénoïdes à savoir l'acide 21-oxo-3,4-seco-oléan-4(23),12-dièn-3-oïque et l'acide 21-oxo-3,4-seco-ursan-4(23),12-dièn-3-oïque. Obame *et al.*, 2007 ont obtenus comme composés majoritaires le terpinène-4-ol (27,3%), le p-cymène (19,0%), de l' α -pinène (13,2%), du sabinène (4,4%) et de l'isoascaridol (4,0%), dans l'huile essentielle de la résine de *D. buettneri*. Et dans l'huile essentielle de la résine de *D. edulis* ; ils ont identifié le sabinène (21,7%), le terpinène-4-ol (19,8%), l' α -pinène (17,5%) et le p-cymène (11,3%) comme principaux constituants. Malgré le nombre restreint des études sur la chimie des élémis de *Dacryodes*, il semble que leurs fractions volatiles soient constituées essentiellement de monoterpènes. Les fractions résiniques quant à elles sont constituées essentiellement des triterpènes de type oléane et ursane.

c. Les élémis du genre *Protium*

En 2001 Susunaga et ses collaborateurs ont étudié la fraction neutre de l'élémis de *Protium heptaphyllum*. L' α et l' β -amyrine étaient présents, avec des quantités non négligeables de maniladiol et de 3- β ,16- β -dihydroxy-oléan-12-ène. Les minoritaires ont été le 3- β ,24-dihydroxy-urs-12-ène, le 3-oxo-20S-hydroxytaraxastane et le 3- β ,20S-dihydroxytaraxastane. Siani *et al.*, 2012 ont identifié la présence de le β -amyrine, le β -amyrénone, l' α -amyrénone, l' α -amyrine, de maniladiol, et de brein, dans plusieurs espèces. Par ailleurs, les analyses des huiles essentielles de six espèces de *Protium* ont montré une grande richesse en monoterpènes. Les auteurs ont identifié une prédominance de l'*p*-cymène, de l' α et l' β -phellandrène. Ils ont également indiqué une augmentation du taux de l' α -pinène et du *p*-menthane dans les exsudats frais (Ramos *et al.*, 2000). Marques *et al.*, 2010 ont identifié le terpinolène (42,3%) dans l'huile essentielle de l'élémis de la sous-espèce *ulei* et l'*p*-cymène (39,9%) dans l'huile essentielle de l'élémis de *heptaphyllum*.

d. Les élémis du genre *Bursera*

L' α et le β -amyrine ainsi que le lupéole font partie des triterpènes les plus fréquents dans l'élémis de *B. simaruba* (Peraza-Sánchez *et al.*, 1995). L'analyse chimique des exsudats résineux de différentes espèces du genre *Bursera* a permis d'identifier leurs constituants sous forme de dérivés TMS à savoir : le 3-épi- β -amyrine- α -OTMS, le 3-épi- α -amyrine- α -OTMS, le 3-épi-lupéole- α -OTMS, le β -amyrénone, l' α -amyrine- β -OTMS, l' α -amyrénone, le β -amyrine- β -OTMS, le lupéole- β -OTMS et le lupénone (Lucero-Gómez *et al.*, 2014). La figure 36 nous donne un aperçu des structures des composés identifiés dans les élémis de différents genres de la famille des *Burseraceae* des travaux de Mathe *et al.* (2004 ; 2009).



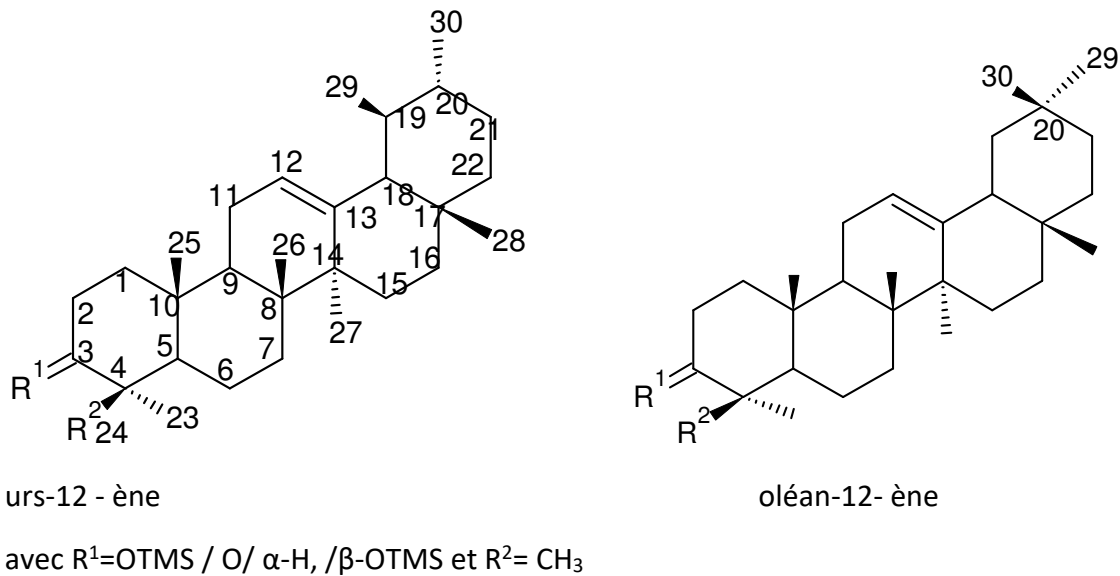


Figure 36: Quelques structures chimiques des composés triterpéniques identifiés dans les élémis

II.2.e. Les propriétés physico-chimiques des exsudats résineux

Les exsudats résineux se présentent sous forme de liquides épais qui, gardent plus ou moins leur fluidité, ou ils se concrètent à l'air en masses de consistance variable (Cordemoy, 1911). En effet ils ne cristallisent pas, mais se brisent en fragments conchoïdaux, parce qu'ils sont formés de couches successives déposées lors de l'épanchement (Serier, 1986). Ceux de consistance liquide se dissolvent plus ou moins dans les solvants organiques. Après évaporation de la fraction volatile et/ou polymérisation oxydative partielle de certains composants, ils durcissent et deviennent dans la plupart des cas insolubles dans les solvants usuels. Chimiquement, les exsudats résineux sont des produits complexes constitués par des hydrocarbures, surtout des hydrocarbures terpéniques (monoterpènes, sesquiterpènes, di, et triterpènes) et/ou phénoliques. On trouve aussi quelques hydrocarbures non terpéniques de la série grasse et de la série aromatique, associés à des composés ternaires oxygénés provenant de l'oxydation ou de l'hydratation des hydrocarbures (Cordemoy, 1911). Ces exsudats sont totalement insolubles dans l'eau ce qui rend leur analyse difficile. Par contre,

ceux obtenus sous forme de mélange se dissolvent partiellement dans l'eau du fait qu'ils aient une partie gommeuse.

II.2.f. L'utilisation des exsudats résineux

Les exsudats résineux ont plusieurs propriétés (adhésives, médicales, et aromatiques). Ces substances ont été les plus utilisées dans l'antiquité, elles prenaient une place d'honneur. En Archéologie par exemple, les exsudats résineux ont été utilisés comme vernis et liants dans la fabrication des œuvres d'arts. Ils ont également d'autres applications technologiques, par exemple, la térébenthine extraite des bois tendres des pins est utilisée pour fabriquer des peintures, des diluants, des encres, des laques, des savons et des cires. Les dammars (résine sécrétée par un type d'arbre caractéristique des îles Indonésiennes) ont été utilisés pour la fabrication de lampes à huile, de torches, de bougies, d'allume-feu et pour se protéger contre les attaques d'insectes (Appanah *et al.*, 1998). D'autres sont appréciés aussi pour leurs usages médicaux en particulier pour leurs propriétés antiseptiques et anti-inflammatoires (Basile *et al.*, 1988 ; Veiga et Pinto, 2002 ; Banno *et al.*, 2006), analgésique, antimicrobiens et émoullient dans les emplâtres et les pommades (Appanah *et al.*, 1998). D'autres par ailleurs ont été utilisés en parfumerie, cosmétologie et agroalimentaire (Ghestem *et al.*, 2001).

II.3. Les huiles essentielles (HE)

II.3.a. L'identification

Une HE est un extrait de plante aromatique liquide, concentrée et complexe, obtenue par distillation par entraînement à la vapeur d'eau de plantes aromatiques ou d'organe de cette plante (fleur, feuille, bois, racine, écorce, fruit, oléorésine...). C'est l'essence distillée de la plante aromatique. Elle est composée d'une centaine de molécules terpéniques et aromatiques particulièrement actives et originales pour la santé au quotidien.

II.3.b. L'historique

Reconnues pour leurs propriétés thérapeutiques et utilisées depuis des millénaires, les HE tombent dans l'oubli au moyen Age ; C'est à l'arrivée des Arabes (Avicenne, Ibn Sinna inventeur de la distillation à proprement parler) qu'on assiste à un nouvel essor de la médecine par les plantes. La réelle naissance de l'extraction des HE par distillation à la vapeur

Partie 1 : Etat de l'art

d'eau se situe à l'époque de la révolution industrielle et invention permet le développement de produits alimentaires et de parfums.

[Gattefossé \(1928\)](#) puis [Valnet \(1966\)](#) et ses disciples, sont les véritables « père » de l'aromathérapie. [Gattefossé](#) est le pionnier de la parfumerie moderne, en effet, c'est au XXème siècle que va naître l'aromathérapie moderne.

De nos jours, des médecins, des chercheurs et des pharmaciens ont assis définitivement la réputation, l'efficacité et l'extraordinaire richesse des huiles essentielles.

II.3.c. Les propriétés et usages

Les huiles essentielles sont reconnues comme ayant plusieurs propriétés utilisées dans divers domaines :

- ✓ En pharmacie, avec les propriétés antiseptiques (huiles essentielles de thym, de girofle), sédatives, émoullientes (soulage entorse, courbatures).
- ✓ En parfumerie et industrie cosmétique : ce sont des diffuseurs de parfum, utilisées comme de produits solaires et préparation pour bains
- ✓ En aromathérapie, l'aromathérapie est l'utilisation médicale des extraits aromatiques de plantes par les huiles essentielles
- ✓ En industrie agroalimentaire

Plusieurs huiles essentielles sont reconnues également pour leurs propriétés antibactériennes, antimycotiques, anti-inflammatoires, antifongiques, antalgiques, digestives, etc..

Il en ressort que les résines (exsudats) produites par les plantes sont des substances naturelles complexes et il y a une diversité de différents types d'exsudats. Cette diversité rend leur classification difficile. Aujourd'hui, les progrès de l'anatomie végétale et de la microscopie électronique ont montré que ce sont des substances secrétées par des cellules et/ou organes spécialisés. De plus ces données fournissent aussi des critères permettant de mieux les définir, de les différencier mais aussi de comprendre leur origine. On peut donc dire au regard de ces informations, que les exsudats n'ont rien de commun avec la sève. En effet la sève circule dans des vaisseaux différents des vaisseaux et cavités où sont sécrétés les exsudats. Les substances exsudées ont fait l'objet d'usages dans plusieurs domaines et de commerce depuis des

Partie 1 : Etat de l'art

millénaires. Cela a conduit le milieu de la recherche à porter un intérêt particulier à ces substances. Elles ont été étudiées dans les domaines de l'archéologique, de l'agroalimentaire, des cosmétiques, de la médecine. Cependant, ces substances n'ont pas encore fait l'objet d'études dans le domaine de la préservation du bois.

Partie 2 : Protocoles expérimentaux et matériels

I. Extraction et caractérisation chimique des oléorésines à l'aide de la GC/MS

Les oléorésines ou résines des différentes essences, ont été utilisées sous trois formes durant notre étude, afin de maximiser la valorisation de ces dernières, surtout des fractions les moins volatiles qui n'ont pas beaucoup été étudiées mais présentent des propriétés intéressantes par rapport aux applications visées pour la protection du bois. Nous avons procédé comme suit : l'oléorésine est récoltée telle qu'elle, nous l'avons appelé résine brute (RB). Une fois cette résine brute séparée des débris d'écorces et de terre par une mise en solution suivie d'une filtration, elle devient résine purifiée (RP). Enfin, nous avons recueilli l'huile essentielle (HE), qui est la résultante de l'hydrodistillation de la résine brute.

Nous utiliserons tout au long de nos travaux ces trois fractions des différentes oléorésines d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis*.

I.1. La matière végétale

Les résines d'*Aucoumea klaineana* Pierre, *Canarium schweinfurthii* Engl, *Dacryodes buettneri* H.J. Lam ont été récoltées à L'arboretum Raponda Walker « Bois des géants » dans la commune d'Akanda au Cap Estérias au Nord-Est de Libreville (figure 37 a). La résine de *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam, a été récoltée dans les terrains de riverains du Cap Estérias. Toutes ces résines ont été prélevées durant le mois d'Août 2017.

I.2. Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation

On utilise un appareillage de type Clevenger ([Clevenger, 1928](#)) (figure 37 b) pour réaliser l'extraction des huiles essentielles des différentes résines par hydrodistillation simple telle que décrite par [Bruneton \(2009\)](#) pendant 4 heures. Les résines sont directement immergées dans le ballon tricol ou bicol contenant de l'eau distillée. L'eau est portée à ébullition, les vapeurs sont condensées par un passage dans un réfrigérant et sont récupérées dans une ampoule à décanter où deux phases sont observées. La phase inférieure (hydrolat) est recueillie dans un bécher par décantation, la phase supérieure (phase organique) est l'huile essentielle. Pour éliminer les traces d'eau, nous avons utilisé le sulfate de magnésium comme agent déshydratant.

Le rendement de l'extraction est calculé par la méthode suivante (AFNOR, 2000) :

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{masse d'huile essentielle obtenue (g)}}{\text{masse de la résine utilisée (g)}} \times 100$$

Équation 2: Calcul du rendement des huiles essentielles

I.3. Séparation ou purification des oléorésines

Les résines brutes (RB) sont dissoutes dans l'éthanol (exemple pour 100g de résines divisée dans 4 récipients, on met le solvant jusqu'à ce qu'il solubilise), puis centrifugées à 4 rpm/min pendant 10 minutes à l'aide d'une centrifugeuse (figure 37 c) afin de se débarrasser des débris et de ne prendre que le surnageant liquide. L'éthanol est ensuite évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif (Figure 38 d), pour récupérer la résine pure (RP).

Nous avons également travaillé avec deux autres solvants à savoir l'acétone et le méthanol.

Le rendement est calculé comme suit :

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{masse de résine pure obtenue (RP)(g)}}{\text{masse de la résine utilisée (RB)(g)}} \times 100$$

Équation 3: Calcul du rendement de la résine

I.4. Analyse des huiles essentielles et des deux fractions de résines

I.4.a. Analyse chimique des trois fractions de résine par chromatographie en phase gazeuse couplé à la spectrométrie de masse

Chacune des différentes fractions est analysée par chromatographie en phase gazeuse sur un appareil Perkin Elmer Clarus 680 (GC) équipé d'une colonne de silice fondue DB-5MS [(diméthyl- / diphényl-polysiloxane, 95 : 5) (30 m, 0,25 mm, 0,25 µm), couplée à la spectromètre de masse Perkin Elmer Clarus SQ8 (MS) piloté par le logiciel Turbo Mass v.6.es. 2 mg de chacune des fractions est dissoute dans 1 mL d'acétate d'éthyle. 1 µL de cette solution est injectée à une température d'entrée de 250°C en mode splitless. L'hélium est utilisé comme gaz vecteur. Le programme de température typique est le suivant : La GC est programmée en température selon le schéma suivant : 80°C pendant 1 min, jusqu'à 300° C (24 min), palier à 300°C pendant 5 min. Pour améliorer la résolution maximale de certains échantillons, le programme de chauffage peut être légèrement modifié, ce qui entraîne des temps de rétention différents. Un courant d'hélium de 1 mL. min⁻¹ est utilisé comme phase

Partie 2 : Protocoles expérimentaux et matériels

mobile. Après cette étape de séparation, les composés sont transférés dans le spectromètre de masse par une ligne de transfert chauffée à 250°C et ionisés par impact électronique (énergie d'ionisation de 70 eV). Les différents produits présents dans nos essences sont identifiés. La partie MS du système d'analyse permet d'obtenir un spectre de masse pour chacun des pics. Les spectres de masse des composants sont ensuite comparés aux spectres de masse des différents composés contenus dans la bibliothèque NIST. *Via* le logiciel MS Search 2.0 (2011) et les indices de similitudes entre le spectre du pic et les spectres « références », le composé est réputé identifié comme on peut le voir dans la figure 38, qui présente le principe d'identification des produits. L'appareil utilisé est représenté dans la figure 37 e.



a)



b)



c)



d)

Partie 2 : Protocoles expérimentaux et matériels



e)

Figure 37: a) Lieu d'échantillonnage ; b) montage de type Clevenger ; c) Centrifugeuse ; d) Evaporateur rotatif ; e) Appareil GC/MS Perkin Elmer Clarus 680 SQ8

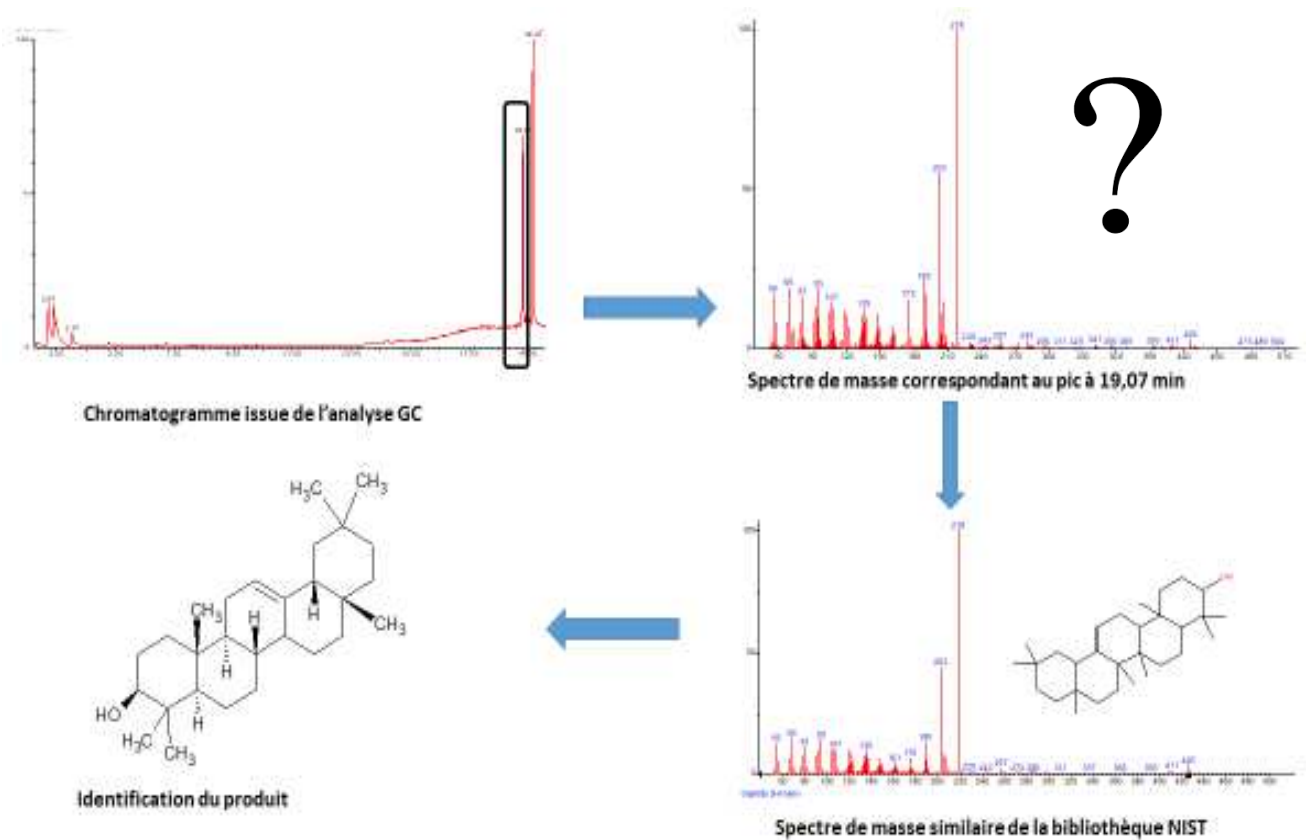


Figure 38: Principe d'identification des composés issus de nos différentes fractions

II. Evaluation des propriétés antifongiques et antitermites des différentes oléorésines

Les principaux agents de dégradation du bois d'œuvre sont les termites et les champignons de pourritures de bois, dont les pourritures blanches et brunes. Ces derniers ont un impact économique majeur sur les essences commerciales des zones tempérée et tropicale et sur les produits transformés ; parmi les agents de pourriture brune, il y a *Coniophora puteana*, *Gloeophyllum trabeum* et *Poria placenta*.

Dans ce chapitre, nous allons étudier les activités antifongiques et antitermites des trois fractions d'oléorésine d'A. *Klaineana* Pierre, *C. schweinfurthii* Engl, *D. buettneri* H.J. Lam et *D. edulis* (G. Don) H.J. Lam vis-à-vis de quatre pourritures de bois et de termites. Cette étude nous permettra d'évaluer et de comparer la potentialité de ces différentes fractions, comme agents de protection du bois.

II.1. Matériel Biologique

Différents types de champignons sont utilisés, deux pourritures fibreuses ou blanches (*Coriolus versicolor* = *Trametes versicolor*) et *Pycnoporus sanguineus*) et deux pourritures cubiques ou brunes (*Poria placenta* = *Rhodonia placenta* et *Coniophora puteana*). Ils sont fournis dans des boîtes de Pétri par la mycothèque du laboratoire de préservation du bois du CIRAD à Montpellier (France). Ils sont choisis pour les dégâts élevés qu'ils provoquent sur le bois, et leur utilisation récurrente dans les normes de durabilité du bois ou de l'évaluation de l'efficacité des produits de préservation.

Les quatre souches fongiques ont été repiquées sur un milieu de culture composé d'un mélange malt-agar dans les boîtes de Pétri et maintenues à 22°C et à 70% d'humidité relative (figure 39).



Figure 39: Les quatre souches repiquées sur milieu gélosé

II.2. Les termites

Les termites (figure 40) sont fournis par le CIRAD à Montpellier (France). Ces termites, de l'espèce *Réticulitermes flavipes* (ex *santonensis* de Feytaud) provenant de l'île d'Oléron (France), sont conservés en bacs d'élevage dans une enceinte climatique obscure, bien aérée et réglée à une température de 27°C et une humidité relative minimum de 75%.



Figure 40: Termites de l'espèce *Réticulitermes*

II.3. Tests biologiques

II.3.a. Tests d'inhibition fongique

Les tests d'inhibition de croissance sont réalisés selon la méthode de [Chang *et al.* \(1999\)](#) avec une légère modification. Les milieux de culture sont préparés dans des erlenmeyers de 200 mL en ajoutant 4 g de malt et 25 g d'agar à 100 mL d'eau distillée. Les erlenmeyers, sont ensuite fermés avec du coton cardé enveloppé dans une feuille d'aluminium et stérilisés dans un autoclave à 120°C pendant 25 minutes à 1 bar. 50 mg, 100 mg ou 150 mg des différentes fractions des résines solubilisées dans un volume minimal d'éthanol (1 mL pour HE, 2 mL pour RP et RB) sont mélangés directement avec un milieu de gélose malt-agar sous hotte à flux laminaire dans chaque erlenmeyer après stérilisation pour obtenir un milieu de culture contenant respectivement 500 ppm, 1000 ppm et 1500 ppm. Après refroidissement, le contenu de chaque erlenmeyer contenant les différentes concentrations les différentes fractions des résines a été versé dans des boîtes de Pétri de 9 cm de diamètre à proximité d'une flamme pour obtenir des boîtes de Pétri contenant environ 20 mL de malt-agar additionné de nos différentes fractions ou non.

Des boîtes contrôles contenant uniquement du malt-agar-additionné d'1 mL d'éthanol sont préparés pour évaluer l'effet du solvant sur la croissance fongique et servir de témoin pour arrêter les tests de croissances. Après solidification, les milieux de culture ont été inoculés dans leurs centres avec un morceau de mycélium fraîchement cultivé des différentes souches fongiques. Les boîtes de Pétri sont ensuite incubés à 22°C et 70% HR dans une chambre climatique.

La croissance est évaluée quotidiennement en mesurant le diamètre de la colonisation du mycelium, estimé à partir de la moyenne de deux diamètres perpendiculaires et exprimé en pourcentage de la place disponible pour la croissance, à savoir le diamètre de la boîte. L'inhibition de la croissance est calculée selon la formule :

$$\text{Inhibition de la croissance (\%)} = [(1-d_1)/d_0] \times 100$$

Équation 4: Calcul du pourcentage de la croissance du champignon

Où d_0 est le diamètre de la culture témoin et d_1 le diamètre de la culture en présence de fraction de résines. L'inhibition de la croissance est calculée lorsque le diamètre de la culture

témoin a atteint 9 cm. Toutes les expériences sont répétées trois fois, afin de minimiser l'erreur. La figure 41 montre le schéma de l'évaluation de l'inhibition de la croissance du champignon par mesure de diamètre.

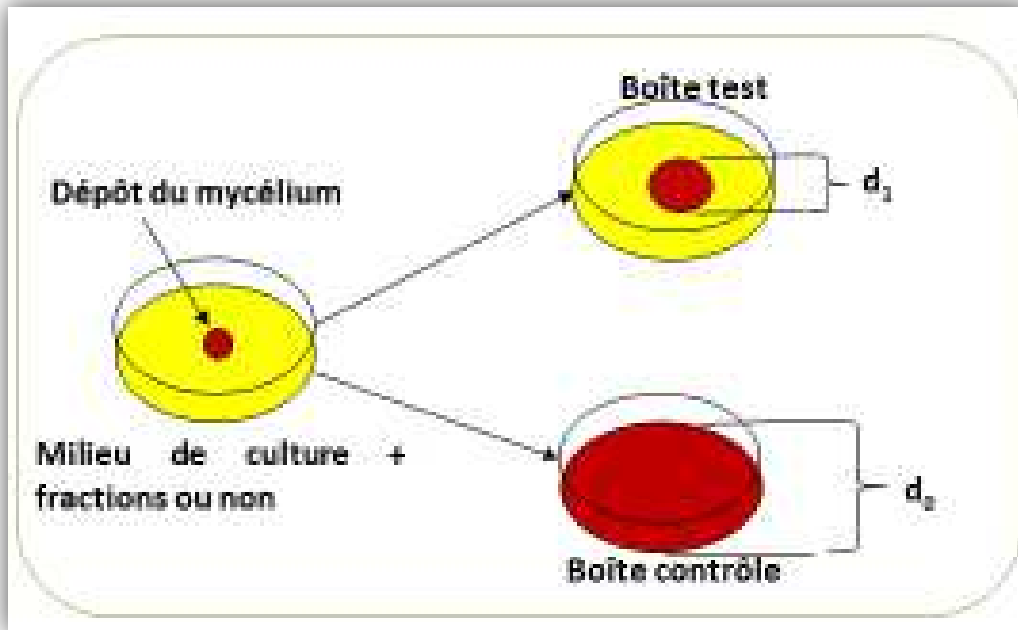


Figure 41: Schéma de l'évaluation de l'activité antifongique par mesure du diamètre de croissance du mycélium

II.3.b. Tests antitermites

Deux concentrations d'huiles essentielles (HE) et deux fractions de résines (résine purifiée et résine brute) sont utilisées pour évaluer les propriétés antitermites des résines des différentes essences. Chaque fraction est solubilisée dans de l'acétone dans des préparations 1/1 et 1/3 (fraction résine / acétone, m/m). 70 μ L de solution d'huile essentielle ou 90 μ L de solution de résine (RB et RP) ont été imprégnés sur du papier filtre Whatman de 2,5 cm de diamètre (Grade 1) avant exposition aux termites. Les papiers imprégnés des différentes solutions ont été séchés à l'air (20°C, 65% HR, 2h) ou dans une étuve (103°C, 1h). Après séchage, chaque papier imprégné est pesé avant d'être mis en contact avec les termites.

Les tests sont réalisés dans des boîtes de Pétri de 9 cm de diamètre contenant 25 grammes de sable de Fontainebleau humide (4 volumes de sable pour 1 volume d'eau) placés à la périphérie de la boîte. Les papiers Whatman traités sont placés sur une grille en plastique au milieu de la boîte de Pétri (sans sable), afin de limiter la prise d'humidité, et 20 termites

Partie 2 : Protocoles expérimentaux et matériels

ouvriers sont ajoutés dans chaque dispositif d'essai. Les boîtes de Pétri sont placées à l'obscurité à 27°C et à une humidité relative de 75%. Enfin, trois dispositifs de contrôle de l'alimentation contenant seulement 15 g de sable humide et 20 termites sont mis en œuvre pour vérifier la survie des termites sans aucune possibilité d'alimentation. Ces dispositifs sont régulièrement surveillés tout au long de l'essai afin de contrôler l'humidité du sable, d'ajouter de l'eau si nécessaire et de surveiller le comportement et l'activité des termites. Après 21 jours, lorsque tous les termites contenus dans les dispositifs de contrôle de la diète sont morts, le test est arrêté. Les échantillons sont nettoyés et séchés selon le même processus que celui utilisé après imprégnation (20°C ou 103°C) et pesés.

Trois types de contrôles sont testés dans les mêmes conditions (trois répétitions par modalité) : papier imbibé d'eau, papier imbibé d'acétone (solvant utilisé pour la dilution des différentes concentrations testées) et papier témoin. La figure 42 représente par un schéma le principe de l'évaluation de l'activité antitermite.

Les pertes de masse et les taux de survie aux termites ont ensuite été déterminés selon les formules qui suivent :

$$PM_{ter} (\%) = [(m_0 \text{ ou } m_1 - m_2)/m_0] \times 100$$

Équation 5: Calcul de la perte de masse des papiers filtres

avec PM_{ter} la perte de masse des papiers filtres causées par les termites, m_0 étant la masse sèche du papier non imprégné, m_1 est donc la masse sèche du papier traité et m_2 la masse sèche papier filtre traitée après exposition aux termites.

$$\text{Taux de survie } (\%) = (\text{Nombre de termites ouvriers vivants à la fin du test}/20) \times 100$$

Équation 6: Calcul du taux de survie des termites

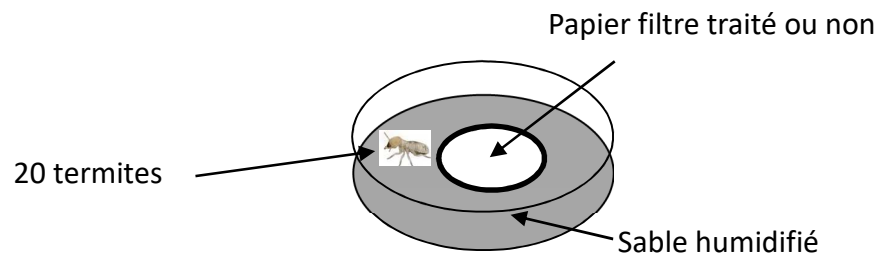


Figure 42: Principe d'évaluation de l'activité antitermite

Nous avons présenté ici, les matières biologiques et les tests qui vont avec, à savoir les inhibitions de la croissance du champignon et les tests sur papiers filtres. Dans l'optique de connaître les effets de nos oléorésines vis-à-vis de champignons et des termites.

III. Evaluation de l'efficacité des traitements du hêtre et du pin par imprégnation des oléorésines des quatre essences gabonaises

Les résultats obtenus à partir des tests de bioactivité (fongiques et termites) des différentes fractions ont montrés que parmi les quatre essences étudiées, trois ont une forte activité antitermite, et moyenne activité antifongique, mais seulement à de forte concentrations. Il est donc intéressant d'exploiter ces résultats dans des essais d'efficacité des trois fractions sur des éprouvettes de bois confrontées à l'attaque des champignons lignivores et des termites.

Le protocole suivi pour le tests sur les champignons, avec des légères modifications, est adapté de la norme NF EN 113 décrite par [Bravery, 1979](#). Et celui sur les termites est adapté de la norme EN 117, avec des légères modifications lui aussi. Ces tests de laboratoire donnent une base pour l'évaluation de l'efficacité d'un traitement de préservation du bois contre les Basidiomycètes responsables de la pourriture du bois et des termites.

Ce sont donc des méthodes qui quantifient la perte de masse anhydre d'échantillons de bois soumis à l'attaque des différents agents de dégradation du bois. La norme (EN 113) spécifie les espèces de champignons à utiliser. Pour les feuillus, on utilise les pourritures blanches dont *C. versicolor*, pour les résineux, ce sont *P. placenta*, *G. trabeum* et *C. puteana* qui sont exploités. Dans notre travail nous avons ajouté une pourriture blanche tropicale *P. sanguineus*.

Dans ce chapitre, nous allons tester la capacité que les oléorésines (sous trois formes) d'*A. Klaineana* Pierre, *C. schweinfurthii* Engl, *D. buettneri* H.J. Lam et *D. edulis* (G. Don) H.J. Lam peuvent apporter dans la protection du bois de pin et de hêtre contre les agents de dégradation du matériau bois, dans un premier temps.

Les différentes oléorésines et les matériels biologiques utilisés dans cette étude sont déjà décrits dans les deux précédents chapitres.

III.1. Echantillons du bois pour les tests

De l'aubier de pin de Sylvestre et du hêtre sont utilisés pour préparer les éprouvettes de bois. Le sciage des éprouvettes s'est déroulé au Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur le Matériau Bois (LERMAB) de Nancy.

Partie 2 : Protocoles expérimentaux et matériels

Nous avons confectionné, une série d'éprouvettes de dimensions de 25×15×5 mm³ selon les axes longitudinal, radial et tangentiel (L, R, T). Les éprouvettes sont exemptes de décoloration, de pourriture, de trou d'insectes et autres défauts.

Ces éprouvettes sont poncées et numérotées avant de les sécher à 103°C pendant 24h, puis les soumettre à l'imprégnation sous vide.

III.2. Protocole d'Imprégnation sous vide de laboratoire



Figure 43: Dispositif d'imprégnation au LERMAB

Le protocole d'imprégnation des éprouvettes est adapté selon les directives de [Bravery \(1979\)](#), avec des ajustements concernant la taille des échantillons à tester (25×15×5 mm³ [L, R, T]). Les neuf solutions suivantes, à base de résines brutes (RB), d'huiles essentielles (HE), de résines purifiées (RP), diluées dans l'éthanol, ont été préparées. Les mélanges ont été calculés en masse par masse (m/m) :

- ✓ 4 solutions de résine brute (RB) diluées dans l'éthanol : 1%RB, 5%RB, 10%RB et 20%RB
- ✓ 1 solution d'huile essentielle (HE) diluée dans l'éthanol : 5%HE
- ✓ 4 solutions de résine purifiée (RP) diluées dans l'éthanol : 1%RP, 5%RP, 10%RP et 20%RP

Partie 2 : Protocoles expérimentaux et matériels

Après préparations des différentes solutions d'imprégnation, 30 éprouvettes préalablement séchées à 103°C et pesées sont placées dans un bécher, et lestées à l'aide des billes de verre pour éviter qu'elles ne flottent. Le bécher est placé dans le dessiccateur équipé d'un robinet à deux voies placé sous vide de 5 mbar pendant 30 minutes (figure 43). La solution d'imprégnation est alors introduite dans le bécher à l'aide d'un robinet double voies. Une fois les éprouvettes recouvertes par la solution, ces dernières sont laissées pendant 1 heure à pression atmosphérique et température ambiante. Après les 1h, les éprouvettes sont retirées de la solution et séchées à 103°C pendant 48h puis pesées. Le gain de masse est alors déterminé selon la formule 7 :

$$\text{Gain de masse (\%)} = [(m_1 - m_0)/m_0] \times 100$$

Équation 7: Calcul du gain de masse des éprouvettes

Avec m_0 la masse sèche de l'éprouvette non traitée et m_1 la masse sèche de l'éprouvette traitée

III.3. Le protocole de lessivage

Le lessivage a été effectué selon la norme [NF X 41-568 \(2014\)](#). Les éprouvettes sont immergées dans de l'eau distillée (1 volume de bois pour 5 volumes d'eau) et soumises à six périodes de lessivage de durée croissante sous agitation continue à 20°C (figure 44).

L'eau est remplacée par de l'eau fraîche après chaque période de lessivage.

- ✓ Un premier cycle délavage de 3 périodes de lessivage de 1 h, 2 h et 4 h.
- ✓ Les éprouvettes sont ensuite laissées sécher à l'air pendant 16 heures.
- ✓ Un deuxième cycle de délavage impliquant 3 périodes supplémentaires de 8h, 16h et 48h avec changement d'eau entre chaque période.

Les éprouvettes lessivées ont ensuite été séchées à 103°C et pesées (m_3). Le taux de lessivage est calculé comme suit :

$$\text{Taux de lessivage (\%)} = [(m_t - m_{lt})/(m_t - m_{nt})] \times 100$$

Équation 8: Calcul du taux de lessivage des éprouvettes

Où m_t est la masse sèche de l'éprouvette traitée, m_{lt} est la masse sèche de l'éprouvette traitée lessivée et m_{nt} la masse sèche de l'éprouvette non traitée.



Figure 44: Dispositif du lessivage LERMAB

III.4. Tests biologiques

III.4.a. Résistance fongique

Ce test a été évalué selon une procédure décrite par [Bravery \(1979\)](#). Des échantillons de pin sont exposés à *Coniophora puteana* (Schumacher ex Fries, Karsten, souche BAM Ebw) et à *Poria placenta* ((Fries) Cooke sensu J. Eriksson, souche FPRL 280), tandis que des échantillons de bois de hêtre sont exposés à *Coriolus versicolor* ((Linneus)) L. Quélet souche CTB 863 A) et à *Pycnoporus sanguineus*.

Un milieu de culture stérile est préparé à partir de malt (40 g) et d'agar (20 g) dans de l'eau distillée (1 L) et placé dans des boîtes de Pétri de 9 cm de diamètre. Après solidification du milieu, chaque boîte de Pétri est inoculée avec un petit morceau de mycélium d'une culture pure fraîchement cultivée et incubée pendant 2 semaines à 22°C et à 70% d'humidité relative, jusqu'à colonisation totale de la surface de la boîte par le mycélium.

Trois éprouvettes (deux traités et un témoin) sont placées dans chaque boîte de Pétri. Chaque expérience a été réalisée en triple. Des contrôles de virulence ont également été effectués sur neuf éprouvettes non traitées. La figure 45 représente le dispositif et le principe d'évaluation de la résistance fongique et la figure 46 montre l'exposition des éprouvettes traitées vis-à-vis des champignons.

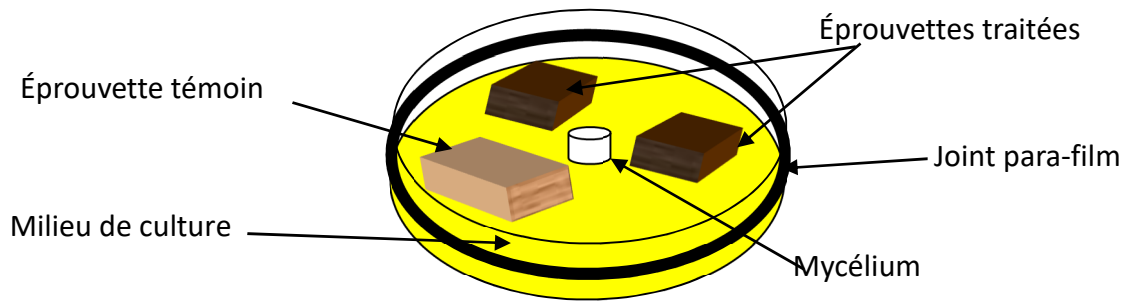


Figure 45: Principe d'évaluation de la résistance fongique suivant la norme EN 113, durée 12 semaines

L'incubation est réalisée pendant 12 semaines à 22°C et à 70% dans une chambre climatique. Une fois l'exposition fongique terminée, le mycélium est retiré des éprouvettes. Ces éprouvettes traitées sont ensuite séchées à 103°C et leur masse finale est enregistrée (m_3). Les pertes de masse sont déterminées. La perte de masse (PM) est exprimée en pourcentage de la masse initiale de l'échantillon de bois, séché à l'étuve, selon la formule suivante :

$$PM (\%) = [(m_0 \text{ ou } m_1 - m_2)/m_0 \text{ ou } m_1] \times 100$$

Équation 9: Calcul de la perte de masse des éprouvettes

Où m_0 est la masse sèche de l'éprouvette non traitée, m_1 la masse sèche de l'éprouvette traitée, m_2 la masse sèche de l'éprouvette après exposition aux champignons.

La perte de masse, après exposition aux champignons, est corrigée en tenant compte des variations de masse non liées à l'activité des champignons lignivores, à l'aide d'un coefficient de correction selon la formule qui suit :

$$PM (\%) \text{ corrigée} = PM_1 (\%) - \text{moyenne } PM_2(\%)$$

Équation 10: Calcul de la perte de masse corrigée

avec : $PM_1 (\%)$: perte de masse des éprouvettes exposées aux champignons ;

$PM_2 (\%)$: moyenne des pertes de masse des éprouvettes déposées sur un milieu gélosé non inoculé avec une souche fongique.



Figure 46: Exposition des éprouvettes traitées vis-à-vis des champignons

III.4.b. Résistance aux termites

L'imprégnation des éprouvettes d'aubier de pin sylvestre est décrite au III.2. Et le lessivage de la moitié de ces éprouvettes est réalisé comme décrit au III.3. Ces éprouvettes lessivées et non lessivées sont séchées à 103°C, pesées et conditionnées à 20°C et 65% HR avant l'exposition aux termites.

Chaque éprouvette traitée est placée dans une boîte de Pétri de 9 cm de diamètre contenant 40 g de sable Fontainebleau (4 volumes de sable pour 1 volume d'eau déminéralisée). Des grilles en plastique sont utilisées pour éviter le contact direct des éprouvettes avec le sable et pour éviter la saturation en eau. Une éprouvette (un bloc) est placée dans chaque boîte de Pétri. Trois répétitions pour chaque traitement et des témoins (éprouvettes d'aubier de pin imprégnées ou non d'éthanol) sont utilisées.

Au total, 50 termites ouvriers, une nymphe et un soldat sont introduits dans chaque boîte de Pétri. Les boîtes de Pétri sont placées à l'obscurité dans une chambre climatique réglé à 27°C et une humidité relative supérieure à 75%. Après quatre semaines, les éprouvettes sont prélevées et nettoyées, le taux de survie des termites est calculé et les dégâts causés sur les éprouvettes testé sont côtés visuellement. La figure 47 montre le dispositif de l'évaluation de la résistance des éprouvettes traitées face aux termites et la figure 48 présente l'exposition des éprouvettes traitées vis-à-vis des termites.

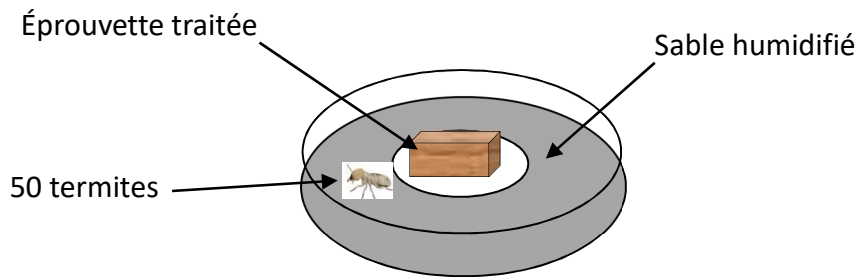


Figure 47: Principe d'évaluation de la résistance au termite suivant la norme EN 117, durée 4 semaines

Les éprouvettes sont finalement séchées à l'étuve (103°C) pour obtenir leur masse anhydre et déterminer la perte de masse due à l'attaque de termites selon la formule suivante :

$$\text{PMter (\%)} = [(m_0 \text{ ou } 1 - m_2)/m_0 \text{ ou } 1] \times 100$$

Équation 11: Calcul de la perte de masse des éprouvettes non lessivées

Celle des éprouvettes non lessivées exposées aux termites calculée selon la formule :

$$\text{PMter (\%)} = [(m_0 \text{ ou } 1 - m_3)/m_0 \text{ ou } 1] \times 100$$

Équation 12: Calcul de la perte de masse des éprouvettes lessivées

Où m_0 est la masse sèche des éprouvettes non traitées, m_1 est la masse sèche des éprouvettes traitées, m_2 la masse sèche des éprouvettes traitées après exposition aux termites, m_3 la masse sèche des éprouvettes traitées lessivées après exposition aux termites.

L'évaluation visuelle de l'éprouvette exposée est réalisée selon les critères de la norme EN117 (2013) (les critères étant ajustés à la taille de l'échantillon) et exprimée comme suit :

0=aucune attaque, 1=tentative d'attaque, 2=attaques légères, 3=attaques moyennes, 4=attaques graves attaque.

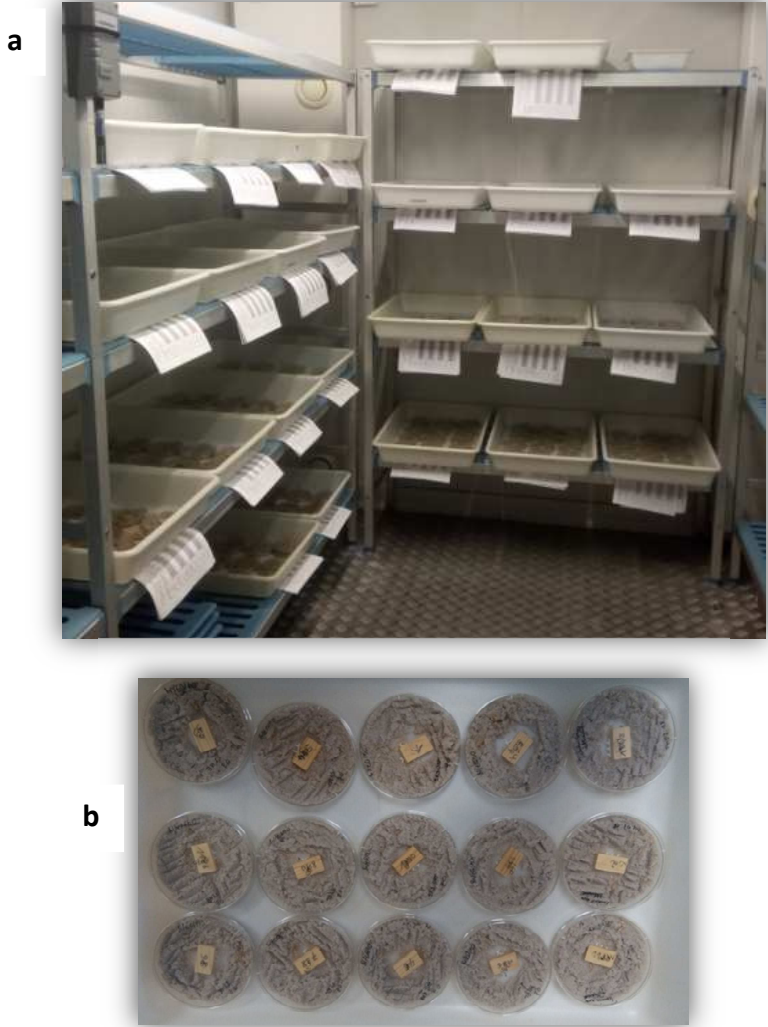


Figure 48: Exposition des éprouvettes traitées ou non sur les termites : boîte de Pétri exposées dans l'étuve (a) et les éprouvettes en contact avec les termites

IV. Etude de l'efficacité de l'association des oléorésines et du Tébuconazole dans la préservation du bois de pin et du hêtre

Les résultats de l'efficacité des oléorésines sur la préservation du bois sont encourageant sur les champignons à de grandes concentrations, ce qui ne pourrait pas permettre la confection des traitements antifongiques à base de résines uniquement, d'où la nécessité de les associer à un autre biocide. Trois des quatre résines se sont montrées très efficaces sur les termites.

Mais face au lessivage, nos différentes résines perdent leur efficacité sur les termites et les champignons. Comme ces substances sont constituées pour la plupart des composés volatiles et que les éprouvettes traitées sont souvent soumises au séchage, ces dernières ne résistent pas au lessivage, pour pallier à ce problème, il a donc été nécessaire de songer à trouver un moyen de fixation des oléorésines sur le bois pour une utilisation en extérieure. Nous allons également tester la capacité des trois fractions de résines associées à un biocide industriel (Tébuconazole) dans la protection du bois de pin et de hêtre.

IV.1. Le matériel

Les résines d'*A. klaineana* Pierre, *C. schweinfurthii* Engl et *D. edulis* (G. Don) H.J. Lam] sont choisies pour évaluer l'effet de l'ajout d'un biocide organique, le Tébuconazole, sur la préservation du bois. *C. versicolor* et *C. puteana* sont retenus comme agents de dégradation du bois pour évaluer l'effet antifongique des fractions.

Le bois d'aubier de pin sylvestre (*Pinus sylvestris*) fourni par le LERMAB est utilisé pour les tests contre les termites et les pourritures brunes, le hêtre (*Fagus sylvatica*) est utilisé pour le test avec les pourritures blanches.

IV.2. Traitement des bois par imprégnation

- ✓ Le protocole d'imprégnation des éprouvettes est adapté selon les directives de la norme EN 117 (2013), avec des ajustements concernant la taille des échantillons à tester (25×15×5 mm³ [L, R, T]). Les neuf solutions suivantes, à base de résines brutes (RB), d'huiles essentielles (HE), de résines purifiées (RP) et de Tébuconazole (T), diluées dans l'éthanol, sont testées :
- ✓ 1 solution de résine brute (RB) diluée dans l'éthanol : 5% RB

Partie 2 : Protocoles expérimentaux et matériels

- ✓ 1 solution de résine brute (RB) et de Tébuconazole (T), diluée dans l'éthanol : 5% RB + 0,01 % T
- ✓ 3 solutions de Tébuconazole (T) diluées dans l'éthanol : 0,1% T ; 0.01% T ; 0.001% T
- ✓ 1 solution d'huile essentielle (HE) diluée dans l'éthanol : 0,5% HE
- ✓ 1 solution d'huile essentielle (HE) et de Tébuconazole (T), diluée dans l'éthanol : 0,5% HE + 0,01 % T
- ✓ 1 solution de résine purifiée (RP) diluée dans l'éthanol : 5% RP
- ✓ 1 solution de résine purifiée (RP) et de Tébuconazole (T), diluée dans l'éthanol : 5% RP+ 0,01 % T

Après préparation des différentes solutions, les éprouvettes préalablement séchées à l'étuve à 103°C, sont introduites dans des béciers, en nombre de 30 par béciers et lestées par des billes de verres. Ensuite les béciers sont placés dans un dessiccateur. Le dessiccateur, est alors placé sous vide jusqu'à atteindre les 5 mbar et laisser les éprouvettes pendant 30 minutes sous vide. La solution d'imprégnation est alors introduite à l'aide du robinet double voie. Une fois les éprouvettes recouvertes par la solution, ces dernières sont laissées pendant 1 heure à pression atmosphérique et température ambiante. Après les 1h, les éprouvettes sont séchées à 103°C pendant 48h et pesées, le gain de masse est alors déterminé :

$$\text{Gain de masse (\%)} = [(m_1 - m_0)/m_0] \times 100$$

Équation 13: Calcul du gain de masse des éprouvettes

Avec m_0 la masse sèche de l'éprouvette non traitée et m_1 la masse sèche de l'éprouvette traitée.

IV.3. Protocole de Lessivage

Pour chaque formulation testée, la moitié des éprouvettes imprégnées a subi une épreuve de lessivage, selon la norme [NF X 41-569 \(2014\)](#), avant d'être exposée aux champignons ou aux termites. La seconde moitié des éprouvettes imprégnées est soumise directement à ces essais de durabilité. La masse sèche des éprouvettes avant essais est notée m_0 . Les éprouvettes sont immergées dans de l'eau distillée (1 volume de bois pour 5 volumes d'eau) et soumises à six périodes de lessivage de durée croissante sous agitation continue à 20°C (figure 44).

L'eau est remplacée par de l'eau fraîche après chaque période de lessivage.

Partie 2 : Protocoles expérimentaux et matériels

- ✓ Un premier cycle délavage de 3 périodes de lessivage de 1 h, 2 h et 4 h.
- ✓ Les éprouvettes sont ensuite laissées sécher à l'air pendant 16 heures.
- ✓ Un deuxième cycle de délavage impliquant 3 périodes supplémentaires de 8h, 16h et 48h avec changement d'eau entre chaque période.

Les éprouvettes lessivées sont ensuite séchées à 103°C et pesées (m_3). Le taux de lessivage est calculé comme suit :

$$\text{Taux de lessivage (\%)} = [(m_t - m_{lt}) / (m_t - m_{nt})] \times 100$$

Équation 14: Calcul du taux de lessivage des éprouvettes

Où m_t est la masse sèche de l'éprouvette traitée, m_{lt} est la masse sèche de l'éprouvette traitée lessivée et m_{nt} la masse sèche de l'éprouvette non traitée.

IV.4. Tests biologiques

IV.4.a. Résistance fongique et résistance aux termites

Les éprouvettes préalablement lessivées ou non, sont utilisées pour évaluer l'effet synergique entre le Tébuconazole et les trois fractions des résines sur la durabilité du bois vis-à-vis des champignons (*Coriolus versicolor* et *Coniophora puteana*) et des termites (*Réticulitermes flavipes*).

Les essais de résistance fongique sont adaptés selon les directives décrites par [Bravery \(1979\)](#) : tailles des éprouvettes 25×15×5 mm³ [L, R, T] (6 éprouvettes par formulation et par type de champignon) et durée d'exposition vis-à-vis des champignons (12 semaines à 22°C et à 70% RH).

Chaque dispositif d'essai (boîte de Pétri de 9 cm de diamètre), comprend trois éprouvettes à tester : deux éprouvettes traitées et un échantillon témoin (pin sylvestre pour *Poria placenta*

Les essais sur les termites sont par contre inspirés de la EN 117, tailles des éprouvettes 25×15×5 mm³ [L, R, T] (une éprouvette traitée est mise en contact avec 50 termites) à une durée d'exposition quatre semaines à 27°C et à 75% RH).

Partie 3 : Résultats et discussions

I. Séparation et analyse chimique des oléorésines des différentes essences

Dans ce chapitre, il est question de donner les résultats des séparations des différentes fractions de chaque essence, puis de déterminer les compositions chimiques de ces dernières par des analyses réalisées par la technique de chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

Les résultats des trois fractions de *D. edulis* ont fait l'objet d'un article publié à *Holzforschung*, (cf en annexe 1).

I.1. Taux d'extraction

I.1.a. Taux d'extraction des quatre huiles essentielles (HE)

Les taux d'extraction des différentes huiles essentielles calculés à partir des résines brutes récoltées sont reportés dans le tableau suivant :

Tableau 12: Taux d'extraction des huiles essentielles des quatre essences

Résines	Masse de résines utilisées (g)	Masse d'huile essentielle obtenue (g)	Taux d'extraction (%)
<i>A. klaineana</i>	144,35	15,25	10,56
<i>C. schweinfurthii</i>	300,70	39,81	13,24
<i>D. buettneri</i>	208,80	34,53	16,54
<i>D. edulis</i>	54,72	6,03	11,01

Les taux d'extraction sont calculés en fonction des masses d'huiles essentielles obtenues par rapport à la quantité d'oléorésine récoltée. Le taux d'extraction de l'huile essentielle d'*A. klaineana* est de 10,56%, celui de l'huile essentielle de *C. schweinfurthii* 13,24% et de *D. edulis* 11,01%. Le taux d'extraction le plus élevé 16,54%, est obtenu avec la résine de *D. buettneri*. Ces taux d'extraction des huiles essentielles sont plus élevés par rapport à ceux que propose la littérature : 7,85% pour l'huile essentielle d'*A. klaineana* (Koudou *et al.*, 2009) ; 4,48% (Koudou *et al.*, 2005) et 6,92% (Edou *et al.*, 2012) pour l'huile essentielle de *C.*

schweinfurthii ;6,68% pour l'huile essentielle de *D. buettneri* (Obame *et al.*, 2007) et 6,8% pour l'huile essentielle de *D. edulis* (Obame *et al.*, 2008). Toutefois, ces résines ont des rendements élevés en huiles essentielles par rapport aux autres organes des plantes (tiges, écorces, feuilles, racines...).

I.1.b. Taux d'extraction des résines purifiées des différentes essences

Les taux d'extractions des différentes résines purifiées, calculés à partir des résines brutes récoltées et dissoutes dans trois solvants différents, sont reportés dans le tableau suivant :

Tableau 13: Rendement des résines purifiées des quatre essences avec différents solvants

Résines	Masse résines utilisées (g)	Masse résine purifiée (g)	Taux d'extraction avec acétone (%)	Taux d'extraction avec éthanol (%)	Taux d'extraction avec méthanol (%)
<i>A. klaineana</i>	2,75	2,40	91,15	87,27	71,27
<i>C. schweinfurthii</i>	2,73	2,72	97,82	99,63	91,15
<i>D. buettneri</i>	2,61	1,57	67,01	60,15	53,18
<i>D. edulis</i>	2,62	2,35	89,74	89,69	82,50

Les taux d'extraction varient en fonction de résines et des solvants. Le méthanol conduit de manière générale à des taux plus faibles par rapport à ceux obtenus avec l'éthanol et l'acétone. Peu de différences existent entre ces deux derniers solvants. L'éthanol étant le seul solvant potentiellement bio-sourcé. Il est retenu pour nos différents tests. Le taux d'extraction de la résine d'*A. klaineana* est de 87,27%. Le rendement le plus élevé observé pour la résine de *C. schweinfurthii* avec 99,63%. Le taux d'extraction de la résine de *D. buettneri* est de 60,15%, et enfin le celui de *D. edulis* est de 89,69%. Les résines dissoutes au méthanol étaient moins pures et moins propres. Pour bien les dissoudre, il fallait une quantité importante du solvant afin d'avoir une influence sur les propriétés des résines pures du solvant qu'on cherche à tester, voire, modifier leur composition chimique. Ces travaux n'ayant pas encore été évoqués par d'autres auteurs, nous ne les avons donc pas référencés. Nous avons choisi de faire ces extractions avec différents solvants afin de connaître les solvants dans lesquelles les

différentes résines sont le plus solubles et aussi dans lequel on peut maximiser leur rendement.

I.2. Caractérisation chimique

I.2.a. Méthode utilisée pour l'identification des principaux composés

Les trois fractions, de chaque essence étudiée, sont analysées par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse. Les chromatogrammes présentant les différents profils chimiques de ces fractions et révèlent la présence des composés terpéniques et triterpéniques. Les composés sont identifiés par comparaison de leur spectre de masse avec ceux de la base de données NIST 2011. Au cours de notre travail, les résultats sur les pics observés après injection de nos fractions RB et RP pour identifier les terpènes, n'ont posés aucun problème et sont conformes aux résultats de la littérature. Les pics obtenus permettant d'identifier les triterpènes nous ont donné quatre molécules identiques deux par deux : c'est-à-dire que les composés 4 et 1, étaient "identiques", ainsi que les composés 5 et 6 (figure 49), malgré leur temps de rétentions différents. Les amyrynes α et β ont alors été achetées dans le commerce, afin de servir de standards, puis ont été injectées dans les mêmes conditions d'analyses chromatographiques afin de comparer leur spectre de masse avec les spectres de masse de nos échantillons et surtout de comparer leurs temps de rétention. Les deux autres composés ne pouvant pas être ces amyrynes, ont été identifiés grâce aux travaux de [Mathe et al., 2004](#) puis ceux de [Elouma Ndinga, 2015](#), par comparaison de leurs spectres de masse et de leurs temps de rétention.

La figure 49 illustre les différents composés triterpéniques élués entre 18 et 20 minutes dans les RB et RP des quatre essences.

Partie 3 : Résultats et discussions

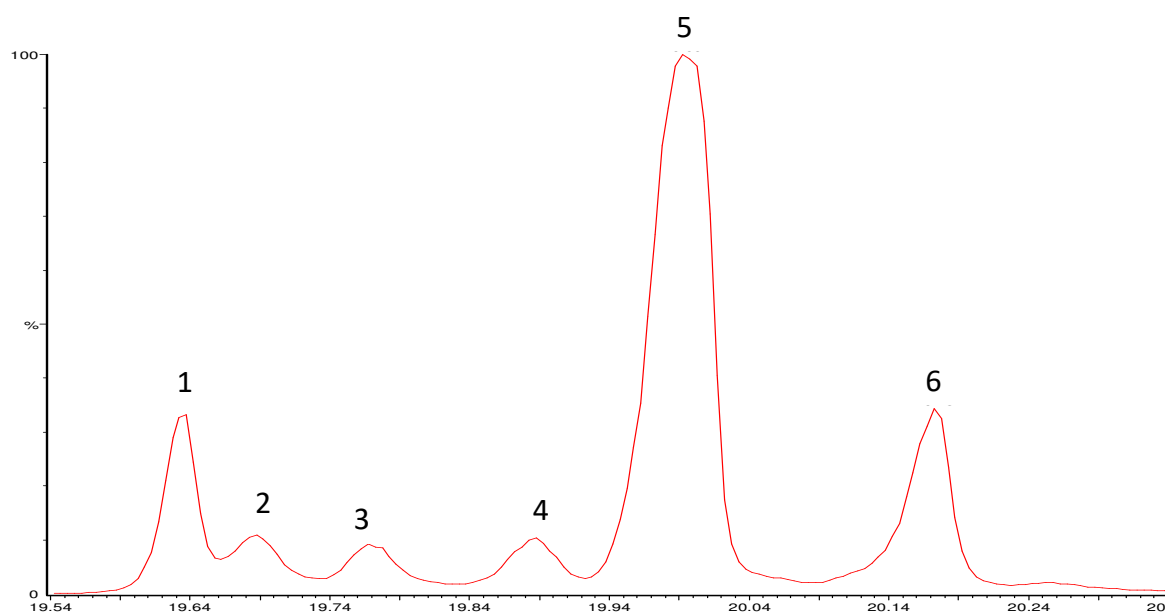


Figure 49: Chromatogramme des RB de *D. edulis* et identification des pics observés qui représentent les composés obtenus dans toutes les essences entre 18 et 20 min

Les composés 1 et 5 ont également montré une grande similitude dans leurs spectres de masse, le composé 1 étant identifié comme la 3-épi- β -amyrine et le composé 5 serait alors le 3-épi- α -amyrine, en se basant sur les spectres de masse et les temps de rétention obtenus par [Elouma Ndinga \(2015\)](#) sur la RP de *D. edulis* et ceux des résultats de [Mathe et al., 2004](#) (figure 54 a et b). Selon eux, les composés dont l'emplacement du méthyle est α , sont élués en premier par rapport à ceux dont l'emplacement du méthyle est en β . Dans leurs travaux, ils présentent son spectre de masse qui met en évidence un clivage de type Rétro Diels Alder dû à la présence d'une insaturation dans un cycle à six chaînons et conduisant à la formation des ions à m/z 218, 189 et 175 qui sont les pics de base, tout comme sur le spectre de masse que nous avons obtenu figure 53.

I.2.b. Analyse chimique des différentes fractions par GC/MS

I.2.b.1. Composition chimique de la résine brute de chacune des trois essences

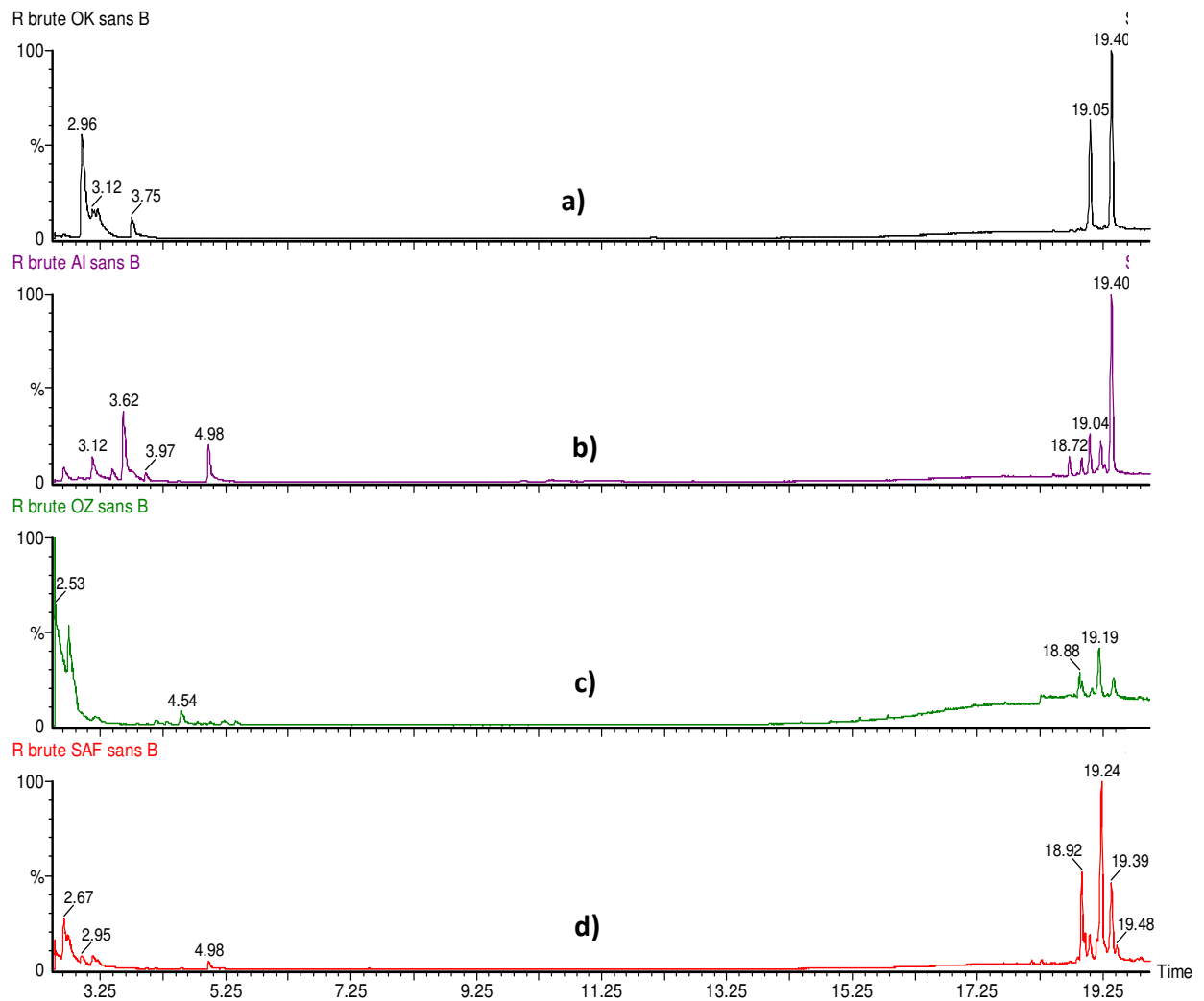


Figure 50: Chromatogrammes des différentes résines brutes a) *A. klaineana* ; b) *C. schweinfurthii* ; c) *D. buettneri* ; d) *D. edulis*

L'analyse des différents pics par la base NIST a permis de déceler la présence de deux groupes majoritaires : des monoterpènes entre 2 et 5 minutes et des triterpènes entre 18 et 20 minutes présentés dans le tableau 14.

Tableau 14: Tableau récapitulatif des composés identifiés dans les résines brutes

TR (min)	Composés identifiés	M	RM	Composition relative (%)			
				A. k	C.s	D.b	D.e
2.68	β -terpinène	918	957	-	-	-	13,7
2.73	sabinène	904	930	-	3,2	-	6,4
2.75	L- β -pinène	899	912	-	-	14,3	-
2.78	β -pinène	906	919	-	-	-	6,4
2.96	α -thujène	915	925	50,6	-	-	2,0
2.97	β -phellandrène	873	903	-	-	-	1,6
3.12	o-cymène	889	913	-	4,3	-	5,3
3.44	γ -terpinène	864	874	-	2,4	-	-
3.62	cis- β -terpinéol	902	916	-	13,4	-	-
3.75	terpinolène	910	922	4,4	3,8	11,2	-
2.75	cis-verbénol	841	860	-	-	-	-
4.98	terpinen-4-ol	927	940	-	10,4	-	1,1
18.72	lanostérol	742	791	-	4,1	-	-
18.92	bétuline	668	688	-	1,4	-	-
19.05	urs-12-en-28-ol	547	702	-	-	17,2	-
19.05	3-épi- β -amyrine	752	824	-	3,0	-	15,3
19.24	olean-12-en-3-one	629	633	-	-	36,5	-
19.24	β -amyrine	911	925	14,5	7,7	-	4,3
19.28	3-épi- α -amyrine	816	859	-	6,0	-	31,0
19.29	lupéole	665	737	-	-	-	1,0
19.40	α -amyrine	893	902	30,5	40,1	20,8	11,6

M= Match, RM= Reverse Match, TR= Temps de rétention ; A.k= *Aucoumea klaineana* ; C.s= *Canarium schweinfurthii* ; D.b= *Dacryodes buettneri* ; D.e= *Dacryodes edulis*

Partie 3 : Résultats et discussions

Les analyses chromatographiques des RB ont permis d'identifier quatre composés qui représentent une partie importante des composés présents dans la RB d'*A. klaineana*. En effet, la RB d'*A. klaineana* est constituée majoritairement d' α -thujène (50,6%), d' α -amyrine (30,5%) et de β -amyrine (14,5%), accompagnés de petite quantité de terpinolène (4,4%).

La RB de *C. schweinfurthii* est constituée de 12 composés, dont les majoritaires sont : l' α -amyrine (40,1%), le cis- β -terpinéol (13,4%), le terpinen-4-ol (10,4%), le β -amyrine (7,7%) et le 3-épi- α -amyrine (6%), accompagnés d'autres constituants à des teneurs relativement plus faibles : l'*o*-cymène (4,3%), lanostérol (4,1%), terpinolène (3,8%), sabinène (3,2%), le 3-épi- β -amyrine (3%), l' γ -terpinène (2,4%) et la bétuline (1,4%).

La RB de *D. buettneri* est constituée de 5 composés, dont les principaux sont : l'olean-12-en-3-one (36,5%), l' α -amyrine (20,8%), l'urs-12-en-28-ol (17,2%), L- β -pinène (14,3%) et le terpinolène (11,2%).

12 composés sont identifiés dans le RB de *D. edulis*, avec le 3-épi- α -amyrine (31%), le 3-épi- β -amyrine (15,3%), le β -terpinène (13,7%), l' α -amyrine (11,6%), le terpinène-4-ol (17,5%), le β -pinène (6,4%) et le sabinène (6,4%) comme composants principaux, accompagnés d'autres constituants ayant des teneurs faibles : *o*-cymène (5,3%), le β -amyrine (4,3%) et l' α -thujène (2%).

I.2.b.2. Composition chimique des huiles essentielles de chacune des trois essences

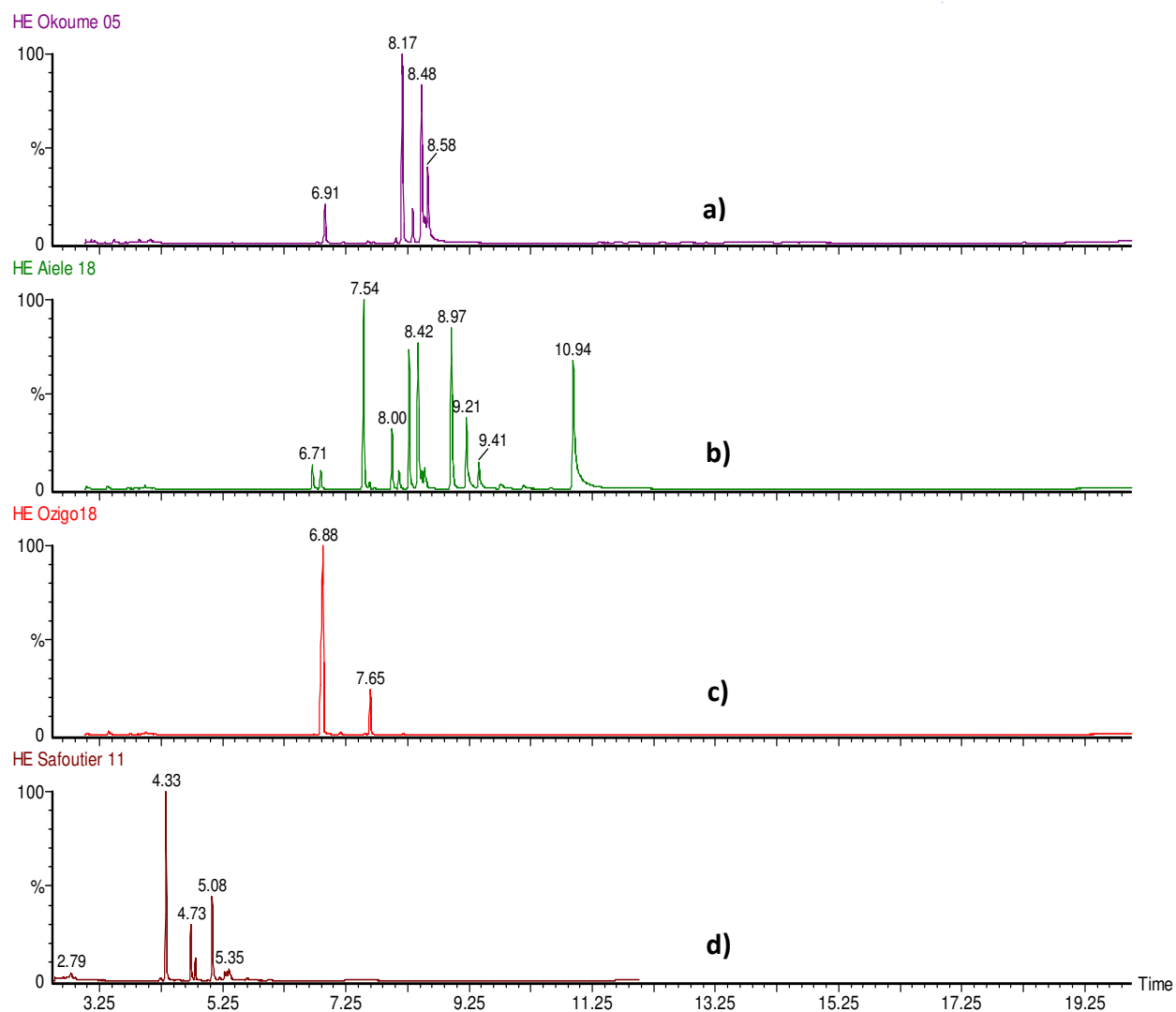


Figure 51: Chromatogrammes des différentes huiles essentielles de trois essences : a) *A. klaineana* ; b) *C. schweinfurthii* ; c) *D. buettneri* ; d) *D. edulis*

Ces expériences ont permis de déceler la présence de différents monoterpènes attendus comme composants classiques des huiles essentielles dont la liste est exposée dans le tableau 15.

Tableau 15: Tableau récapitulatif des composés identifiés dans les huiles essentielles

TR (min)	Composés identifiés	M	RM	Composition relative (%)			
				A. k	C.s	D.b	D.e
4.23	β -thujène	927	949	0,2	3,6	0,2	0,7
4.33	α -pinène	957	961	0,5	2,2	81,9	49,6
4.39	méthyl-apopinène	930	946	5,8	-	-	-
4.40	camphène	914	928	0,1	-	1,3	0,4
4.45	déshydrosabinène	826	832	-	-	0,5	-
4.73	sabinène	914	944	-	-	0,5	14,5
4.80	β -pinène	937	937	0,3	-	12,8	5,7
5.06	2-menthène	877	885	2	5,6	-	-
5.08	α -phellandrène	920	926	62,5	30,1	-	22
5.20	α -terpinène	906	917	7,5	8,7	-	0,9
5.28	o-cymène	938	954	11,2	20,5	-	2,3
5.66	β -phellandrène	895	927	8,5	1,2	-	3,1
5.77	γ -terpinène	828	895	0,2	15,7	-	0,5
5.97	cis-4-thujanol	856	866	-	4,3	-	-
6.61	α -terpinolène	840	894	1,2	1,7	-	0,1
6.88	trans-4-thujanol	680	782	-	0,3	-	-
7.15	cis-p-menth-2ène-1-ol	653	730	-	0,1	-	-
7.18	cis-verbénol	834	837	-	-	0,6	-
7.20	trans-pinocarvéol	886	904	-	0,1	0,3	-
7.25	trans-2-carene-4-ol	789	799	-	-	0,5	-
7.30	endo-bornéol	817	839	-	-	0,6	-
7.35	terpinen-4-ol	884	914	-	5,2	0,3	0,3
11.74	myrténol	750	763	-	-	0,2	-
16.62	7-epi-trans-sesquisabinène	609	644	-	0,3	-	-
16.99	α -acorénol	657	683	-	0,3	-	-

Partie 3 : Résultats et discussions

M= Match, RM= Reverse Match, TR= Temps de rétention ; A.k= *Aucoumea klaineana* ; C.s= *Canarium schweinfurthii* ; D.b= *Dacryodes buettneri* ; D.e= *Dacryodes edulis*

L'HE d'*A. klaineana* contient 12 composés qui représentent 99,7% de la composition totale de cette essence. Sa composition se distingue par deux composés majoritaires, l' α -phellandrène (62,5%) et l'*o*-cymène (11,2%). D'autres composés sont également identifiés mais à des teneurs moins importantes : le β -phellandrène (8,5%), l' α -terpinène (7,5%), le méthylapopinène (5,8%). Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés dans la littérature par [Minkue \(2000\)](#). En effet dans ses travaux de master, l'auteur a obtenu 14 composés dont l' α -phellandrène (48,2%) et le terpinolène (12,9%) comme composés majoritaires, et le β -phellandrène (4,3%) comme troisième produit le plus important dans l'HE d'*A. klaineana* du Gabon. Nous avons également obtenu le même nombre de composé que [Liang Guang et al., 1988](#), qui avaient identifié 12 constituants, mais dont les plus majoritaires sont différents des nôtres : *p*-cymène (30,2%), l' α -pinène (20,3%), le carane (12,3%) et l' α -phellandrène (11,2%). Cependant, nos résultats sont différents de ceux publiés par [Koudou et al., 2009](#), qui a obtenu 28 composés dominé par l' δ -3-carène (72,3%) suivi par le terpinolène (6,3%). Ceci montrerait alors que cette essence a une variabilité chimique très importante, qui se manifeste d'une région à l'autre et sous l'action de différents autres facteurs.

Dans l'HE de *C. schweinfurthii*, nous avons détecté 16 constituants avec un taux global de 99,9%. L'HE de cette essence est constituée de quatre composés majoritaires dont l' α -phellandrène (30,1%), l'*o*-cymène (20,5%), l' γ -terpinène (8,7%) ; et d'autres composés à des teneurs relativement moyennes, voire petites : le 2-menthène (5,6%), le *cis*-4-thujanol (4,3%) et l' α -pinène (2,2%). Nos résultats ne corroborent pas ceux de plusieurs auteurs : tout d'abord l'HE de *C. schweinfurthii* originaire de Bangui (Centre-Afrique), avait donné 17 composés dont 3 majoritaires : l'octylacetate (60,0%), le nerolidol (14,0%) et l'octanol (9,5%) ([Koudou et al., 2005](#)). Ensuite l'HE de *C. schweinfurthii* originaire de Libreville (Gabon) d'après [Edou et al., 2012](#), était constituée de 55 composants, dont quatre principaux : le limonène (52,1%), le sabinène (19,0%), l' α -pinène (10,7%) et le *p*-cymène (4,3%). Et enfin l'HE de *C. schweinfurthii* originaire de l'Uganda, avait donné 32 composés, dont les principaux composants étaient l' γ -terpinène (32,4%), l' α -phellandrène (17,9 %), l' α -thujène (14,0 %), le β -phellandrène (12,9 %) et le *p*-cymène (8,5 %) ([Nagawa et al., 2015](#)).

Partie 3 : Résultats et discussions

L'analyse chimique de l'HE de *D. buettneri* a donné 13 constituants, dont les principaux sont de l' α -pinène (81,9%) et le β -pinène (12,8%), suivi d'autres composés en très faibles pourcentages comme le camphène (1,3%), le cis-verbénol (0,6%) et l'endo-borneol (0,6%). Cette composition chimique est différente à celle de l'HE de *D. buettneri* de l'IPHAMETRA (Libreville, Gabon) constituée majoritairement du terpinen-4-ol (27,33%), le p-cymène (19%), l' α -pinène (13,2%) et le sabinène (4,4%) identifiés par [Obame et al., 2007](#).

12 composés sont identifiés dans l'HE de *D. edulis* dont l' α -pinène (49,6%), l' α -phellandrène (22,0%) et sabinène (14,5%) sont les constituants majoritaires, suivis d'autres constituants faiblement représentés à savoir : les β -pinène (5,7%), β -phellandrène (3,1%) et l'o-cymène (2,3%). Nos résultats sont différents de ceux d'[Obame et al., 2008](#) ; [Koudou et al., 2009](#), qui ont trouvé 24 composants dans l'HE de la résine de *D. edulis* du Gabon avec le sabinène (21,8%), le terpinène-4-ol (19,8%), l' α -pinène (17,5%) et le p-cymène (11,3%) comme principaux composants et de [Burkill \(1994\)](#) qui identifie le sabinène, β -phellandrène et le limonène comme composés prédominants.

Cette différence montrerait sans doute comme les autres essences, que *D. buettneri* a une variabilité chimique très importante.

I.2.b.3. Composition chimique de la résine purifiée de chacune des trois essences

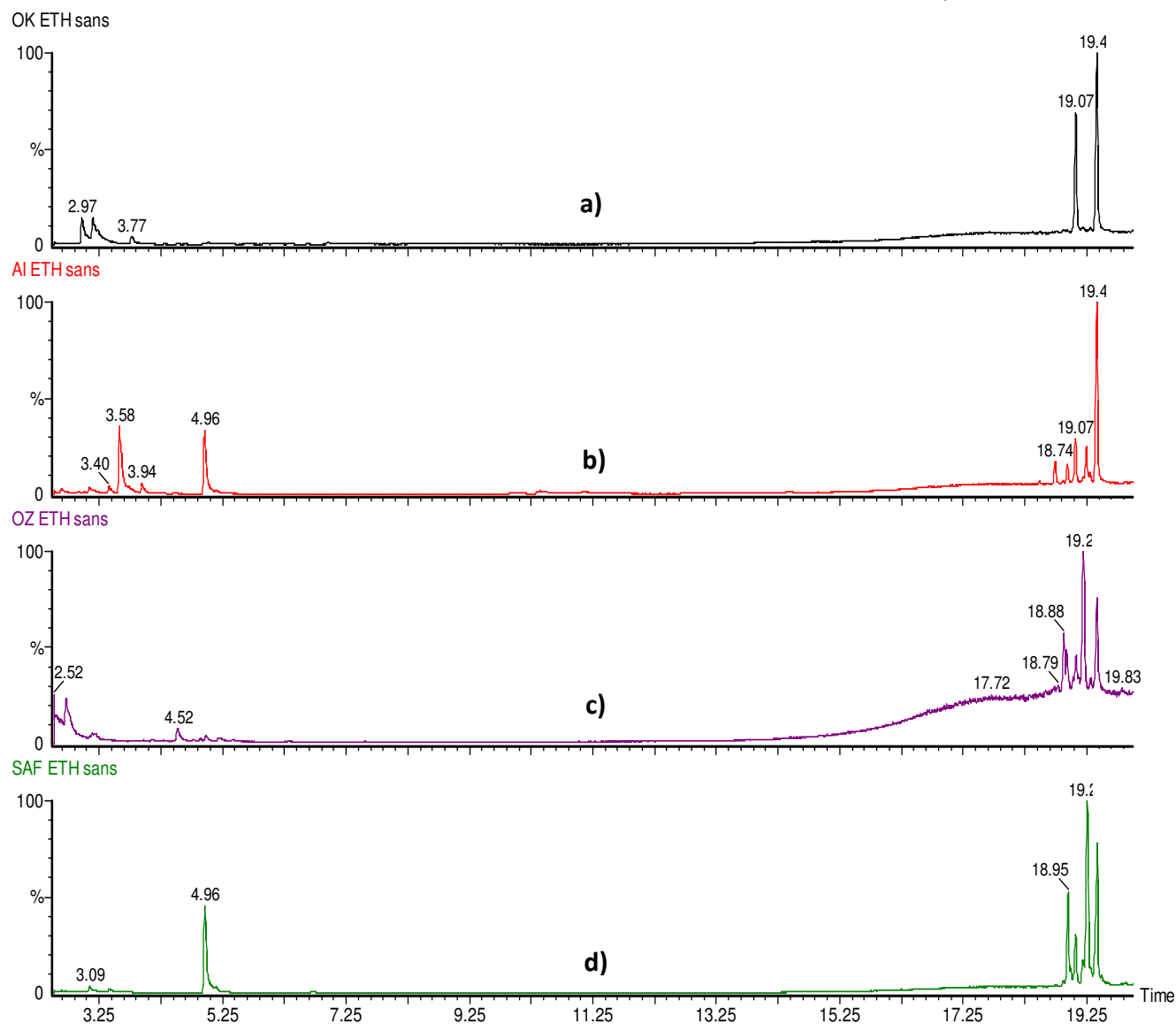


Figure 52: Chromatogrammes des différentes résines purifiées de trois essences : a) *A. klaineana*, b) *C. schweinfurthii* ; c) *D. buettneri* ; d) *D. edulis*

Ces chromatogrammes ont permis de déceler la présence de deux groupes majoritaires des produits de monoterpènes au début (entre 2 et 5 minutes) et des triterpènes à la fin (entre 18 et 20 minutes) identifiés dans le tableau 16.

Tableau 16: Tableau récapitulatif des composés identifiés dans les résines purifiées

TR (min)	Composés identifiés	M	RM	Composition relative (%)			
				A.k	C.s	D.b	D.e
2.52	α -pinène	594	889	-	-	-	0,4
2.97	α -phellandrène	916	946	7,1	-	-	-
3.10	p-cymène	863	869	-	-	-	1,1
3.41	γ -terpinène	853	875	-	-	-	0,5
3.58	cis- β -terpinéol	901	916	-	14,5	-	-
3.71	cis-4-thujanol	845	861	-	3,3	-	-
4.95	terpinen-4-ol	922	932	-	13,8	-	17,5
18.74	lanostérol	700	755	-	4,7	-	-
18.88	bétuline	684	713	-	-	46,3	-
18.90	β -amyrone	634	683	-	-	4,3	-
18.94	3-épi- β -amyrine	896	916	-	3,5	11,5	14,0
19.07	β -amyrine	887	909	34,3	9,4	-	7,7
19.25	3-épi- α -amyrine	848	864	-	9,6	21,5	36,2
19.42	α -amyrine	877	894	58,6	41,1	16,4	22,6

M= Match, RM= Reverse, TR= Temps de rétention ; A.k= *Aucoumea klaineana* ; C.s= *Canarium schweinfurthii* ; D.b= *Dacryodes buettneri* ; D.e= *Dacryodes edulis*

L'analyse chimique de la RP d'*A. klaineana* a permis d'identifier 3 composés représentant 100% de la composition totale. La RP de cette essence est composée essentiellement de l' α -amyrine (58,6%), le β -amyrine (34,3%) et l' α -phellandrène (7,1%). Avec l' α -amyrine comme composé majoritaire, nos résultats sont en accord avec ceux de [Tessier et al., 1982](#). Nous avons obtenu également les mêmes composés que [Minkue \(2000\)](#) (l' α -amyrine et l' β -amyrine) à l'exception du troisième, le cycloarténol.

Partie 3 : Résultats et discussions

La petite différence observée pourrait être due à la préparation de la résine : dans les travaux de [Minkue](#), la résine analysée, est celle qui reste dans le ballon avec l'eau chaude après le processus d'hydrodistillation. C'est-à-dire la résine formées par entrainement à la vapeur, sous forme cramée, alors que nos travaux, nous avons analysé la résine purifiée obtenue par procédés de solubilisation, filtration et évaporation.

La RP de *C. schweinfurthii* contient 8 composés qui représentent 99,9% de la totalité de l'essence. Elle est composée de : l' α -amyrine (41,1%), du cis- β -terpinéol (14,5%), le terpinen-4-ol (13,8%), le 3-épi- α -amyrine (9,6%) et l' β -amyrine (9,4%).

La RP de *D. buettneri* est constituée uniquement de triterpènes à savoir : le bétuline (46,3%), le 3-épi- α -amyrine (21,5%), l' α -amyrine (16,4%), le 3-épi- β -amyrine (11,5%) et l' β -amyrone (4,3%).

La composition chimique de la RP de *D. edulis* rassemble 8 composés dont les majoritaires sont : le 3-épi- α -l'amyrine (35,5%), l' α -amyrine (23,3%), le terpinen-4-ol (17,5%), le 3-épi- β -amyrine (14,0%) et l' β -amyrine (7,7%), accompagnés de p-cymène (1,1%) et l' γ -terpinène (0,5%). Ces résultats sont en accord avec ceux déjà décrits dans de nombreux travaux portant sur d'autres espèces de résine appartenant à la famille des Burseraceae ([Susunaga et al., 2001](#) ; [Cruz-Canizares et al., 2005](#) ; [Siani et al., 2012](#) ; [Rüdiger et Veiga-Junior 2013](#) ; [Lucero-Gomez et al., 2014](#)).

I.3. Discussion

I.3.a. Identification des triterpènes

La figure 53 illustre les différents spectres de masse des principaux amyrines, tels que l' α -amyrine et l' β -amyrine de nos essences (figure 53 a et c). Ces spectres sont somparés à celui d'un amyrine standard acheté dans le commerce (figure 53b).

Partie 3 : Résultats et discussions

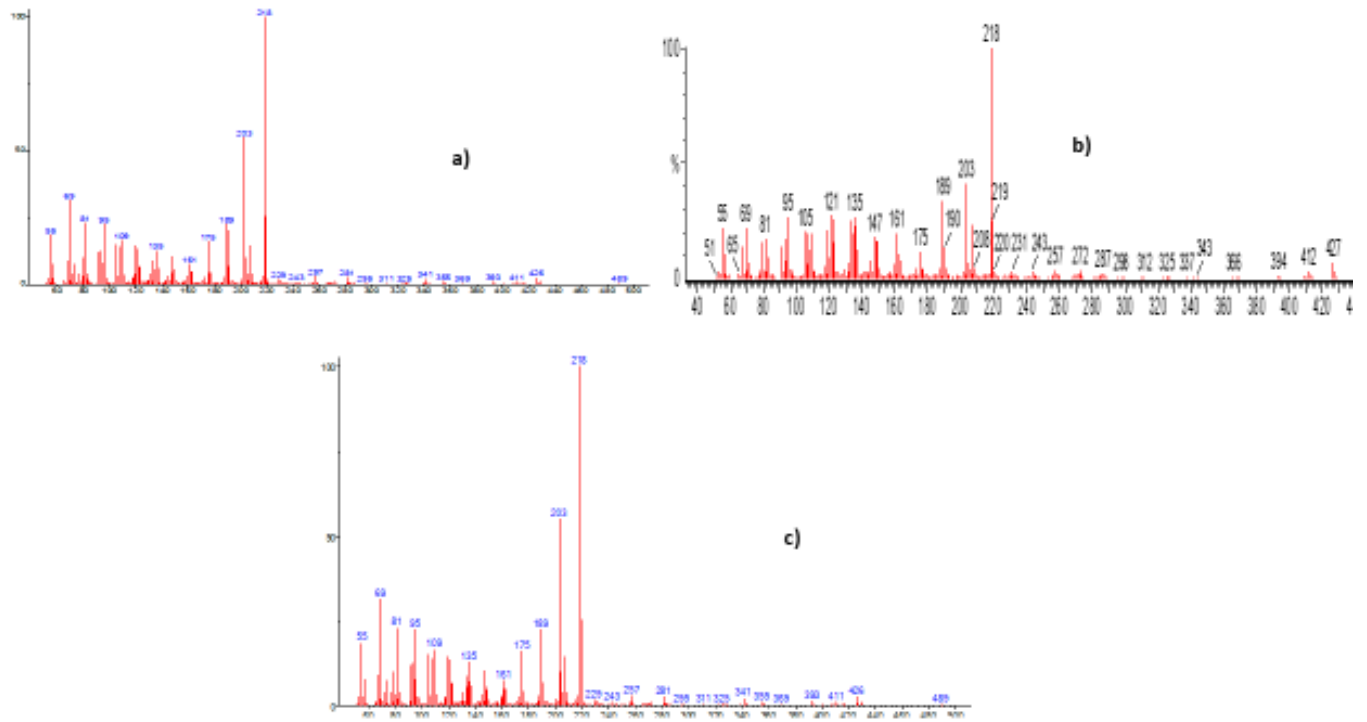
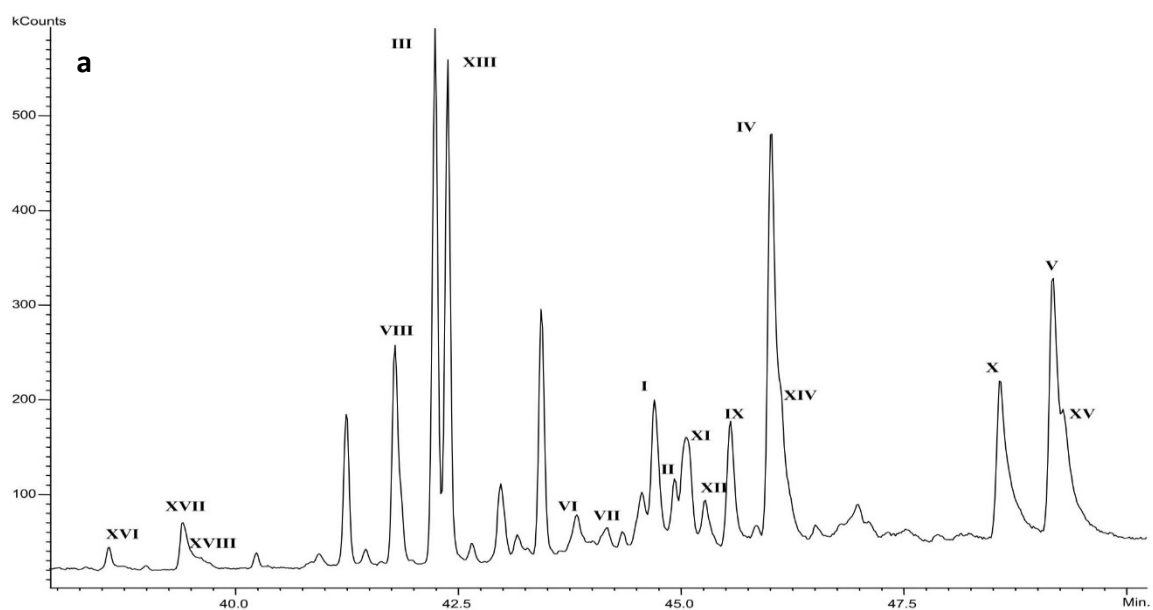


Figure 53: Spectre de masse du composé 6 de la RB de *D. edulis* (a), comparé à celui de l' α -amyrine standard (b) acheté au commerce ; spectre de masse du composé 1 (c) présent dans les RB et RP des différentes essences

La similitude des spectres de masse de notre composé 6 de la RB de *D. edulis* avec le spectre de masse de l' α -amyrine standard est sans appel, ce résultat indique le composé 6 est bel et bien l' α -amyrine, et que son isomère à savoir le composé 4 est l' β -amyrine.



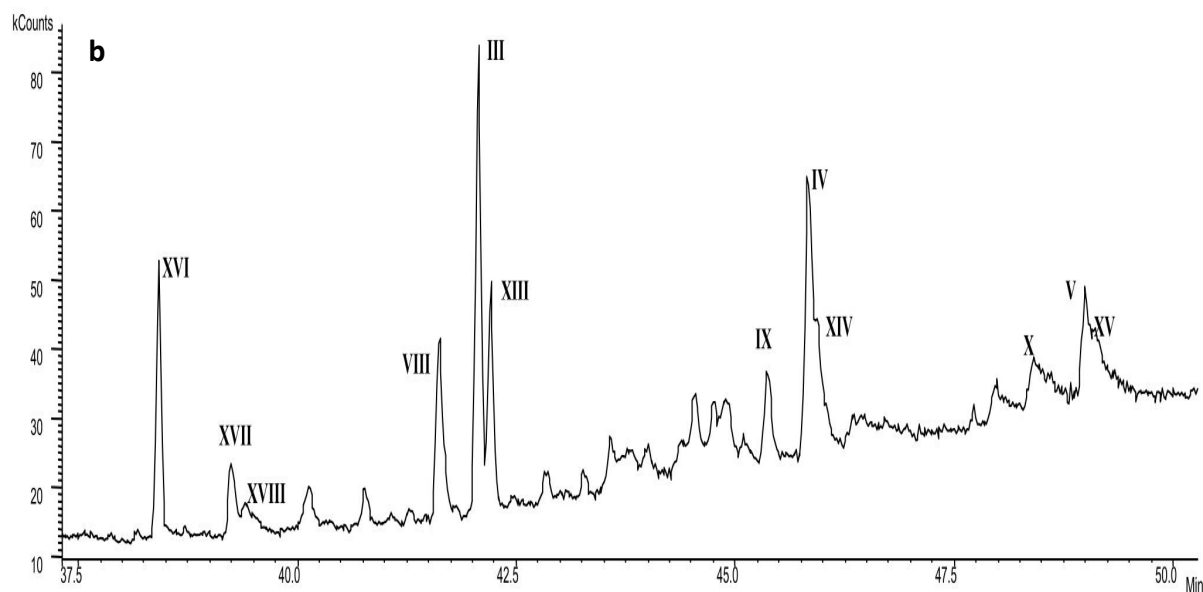


Figure 54: Chromatogramme de la zone triterpénique de l'encens commercial « résine de type Erythréen » (a) et celui d'un échantillon résineux archéologique "L41", Dashour, Egypte (b) (Mathe *et al.*, 2004)

L'analyse d'un échantillon d'un oliban commercial triméthylsilylé provenant d'Érythrée effectuée en mode balayage a permis de détecter de nombreux triterpènes, à savoir les composés I, III-V, VIII-X et XIII-XV, II, VI, VII, XI et XII) (figure 54 a).

Ils soulignent que parmi les triterpènes ayant une fonction alcoolique en C-3, sont ceux qui ont une position du groupe hydroxyle en alpha qui sont majoritaires. Ce qui est en accord avec la littérature sur la chimie des espèces de *Boswellia* (Proietti *et al.*, 1981, Fattorusso *et al.*, 1985, Culioli *et al.*, 2003). La présence de l' α -amyrénone (I), de l' β -amyrénone (VI) et de la lupénone (XI) n'est pas surprenante car ces composés sont des constituants fréquents des plantes qui exsudent de la résine. Ces derniers pourraient avoir été formés par une oxydation triviale des 3-alcools correspondants. En outre, l' α -amyrine (II), l' β -amyrine (VII) et le lupéol (XII), présents en petites quantités, sont probablement des produits de la réduction enzymatique de ces cétones.

L'analyse d'un échantillon archéologique résineux triméthylsilylé a donné des pics dans la zone triterpénique du chromatogramme (figure 54 b), où plusieurs triterpènes sont détectés et représentés par des pics qui sont attribués aux composés suivant : le 3-épi- β -amyrine (VIII), le 3-épi- α -amyrine (III), 3-épi-lupéol (XIII), et plus particulièrement à l'acide 3-hydroxy-lup-20(29)-en-24-oïque (XIV), α - et β -boswellique (IX et IV), leurs O-acétates (XV, X et V) et leurs

Partie 3 : Résultats et discussions

produits de dégradation (XVIII, XVI et XVII) par comparaison des spectres de masse de la base de données et de leurs temps de rétention. La présence de ces métabolites, sont caractéristiques de la résine des espèces de *Boswellia* (Mathe *et al.*, 2004).

D'après Elouma Ndinga (2015), le 3-épi- β -amyrine, le 3-épi- α -amyrine, le β -amyrine, l' α -amyrène, l' α -amyrine et la bétuline, sont présents dans la RP de *D. edulis* du Congo. Pour les identifier, il s'est basé sur la comparaison des spectres de masse qu'il a observé de ses échantillons et ceux des spectres de masse de la NIST 2011, et de leurs temps de rétention puis ceux provenant des résultats des travaux de Mathe *et al.*, 2004.

Les ions à m/z 218, 189 et 175 qui sont les pics principaux du composé 1 sont bien visibles sur la figure ci-dessus, ces ions sont les mêmes que ceux obtenus par Elouma Ndinga, ce qui identifie le composé 1 comme étant le 3-épi- β -amyrine. Le même protocole d'identification est fait pour le composé 5 qui est son isomère à savoir le 3-épi- α -amyrine.

Les composés 2 et 3, élués à des temps de rétentions bien distincts, sont donc l' α -amyrène et l'urs-12-en-28-ol. Ces deux molécules ne seront identifiées que dans les RB et RP de *D. buettneri*. Leurs spectres de masse présentent des pics moléculaires et les ions caractéristiques à chaque molécule, en accord avec ceux de la base de données utilisée (NIST 2011) et de la littérature.

I.3.b. Etude comparative de la composition chimique des trois fractions des différentes essences étudiées

Tableau 17: Pourcentage des différentes classes de constituants des RB des quatre essences

Familles des composés	Essences			
	<i>A. klaineana</i>	<i>C. schweinfurthii</i>	<i>D. buettneri</i>	<i>D. edulis</i>
Monoterpènes	55,0%	13,7%	25,5%	35,4%
Alcools terpéniques	-	23,8%	-	1,1%
Triterpènes	45,0%	62,3%	74,5%	63,2%

Si les profils chimiques des quatre RB sont très différents, aussi bien quantitativement que qualitativement, les RB de ces quatre essences montrent toutefois une forte teneur en triterpènes, notamment en α -amyrine, en β -amyrine et en ses isomères.

Partie 3 : Résultats et discussions

L' α -amyrine qui est le principal composé de *C. schweinfurthii* (40,1%) est le deuxième composé le plus abondant dans la RB de *A. klaineana* (30,5%) et *D. buettneri* (20,8%) et est le quatrième composé le plus abondant dans la RB de *D. edulis* (11,6%).

L' β -amyrine est présente dans la RB d'*A. klaineana* avec une forte teneur (14,5%), et est également dans les RB de *C. schweinfurthii* (7,7%) et *D. edulis* (4,3%). Cependant, la RB de *D. buettneri* ne présente pas de β -amyrine..

L' α et l' β -amyrine observés ont été identifiés à l'aide d'une comparaison des spectres de masse et de leur temps de rétention des amyrines des essences étudiées et ceux d' amyrines standards achetés dans le commerce.

L'olean-12-en-3-one ou β -amyrone, est un composé qui ne se retrouve que dans de la RB et la RP de *D. buettneri*. C'est également dans la même essence qu'on retrouve l'urs-12-en-28-ol (4, 3%) dans la RP, qui absente dans les autres résines, toutes essences confondues.

Le 3-épi- α -amyrine, est le composé majoritaire de la RB de *D. edulis* (31,0%), alors qu'il est en faible quantité dans la RB de *C. schweinfurthii* (6,0%), et absent dans la RB d'*A. klaineana*.

Le 3-épi- β -amyrine n'est présent que dans les RB de trois essences notamment celle de *D. buettneri* (17,2%), *D. edulis* (15,3%) et *C. schweinfurthii* (3,0%).

Le lanostérol n'est présent que dans la RB de *C. schweinfurthii* (4,1%). Cette essence est la seule à contenir la bétuline (1,4%). Enfin le dernier triterpène identifié dans les RB est le lupéole (1,0%) dans la RB de *D. edulis*.

Les RB d'*A. klaineana* (55,0%), *D. edulis* (35,4%), *D. buettneri* (25,5%), et *C. schweinfurthii* (13,7%) sont riches en monoterpènes (tableau 17).

La RB d'*A. klaineana* se distingue avec l' α -thujène (50,6%) qui est en très faible quantité dans la RB de *D. edulis* (2,0%). Le sabinène est un composé qui est présent dans les RB de deux essences à savoir : *C. schweinfurthii* (3,2%) et *D. edulis* (6,4%). L'o-cymène, est aussi présent dans les deux essences correspondant respectivement aux taux suivant : 4,3% et 5,3%. Le terpinolène est présent en grande quantité dans la RB de *D. buettneri* (11,2%) contrairement au 3,8% présent dans la RB de *C. schweinfurthii*.

Partie 3 : Résultats et discussions

La RB de *C. schweinfurthii*, est la seule RB riche en monoterpénoïdes (23,80%), notamment en cis- β -terpinéol (13,4%) et en terpinen-4-ol (10,4%) comparativement à la RB de *D. edulis* (1,1%) (tableau 17).

Tableau 18: Pourcentage des différentes classes de constituants des HE des quatre essences

Familles des composés	Essences			
	<i>A. klaineana</i>	<i>C. schweinfurthii</i>	<i>D. buettneri</i>	<i>D. edulis</i>
Monoterpènes	100,0%	87,6%	97,0%	99,5%
Alcools terpéniques	-	10,0%	2,5%	0,3%
Sesquiterpènes	-	0,6%	-	-

L' α -phellandrène qui est le composé le plus abondant dans l'HE d'*A. klaineana* (62,5%) est également présent en grande quantité dans les HE de *C. schweinfurthii* (30,1%) et *D. edulis* (22,0%). L' α -pinène, composé majoritaire aussi bien de l'HE de *D. buettneri* (81,9%) et de l'HE de *D. edulis* (49,6%), est aussi présent, mais en quantité très faible dans les HE d'*A. klaineana* (0,5%) et *C. schweinfurthii* (2,2%).

Nous observons également des composés présents dans les HE des quatre essences, mais avec une faible teneur (le β -thujène). Et les autres composés ne sont présents que soient dans 3 des 4 HE (camphène, l' α -terpinène, l' α -cymène et l' γ -terpinène et α -terpinolène) ou dans 2 des 4 HE (sabinène, 2-menthène) (tableau 15). Alors les monoterpènes représentent environ 100,0%, 89,6%, 97,0% et 99,5% respectivement dans les HE de *A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis*.

Par ailleurs les monoterpénoïdes (alcools terpéniques), présents dans les HE sont identifiés dans 3 essences : 2,5% dans l'HE de la résine de *D. buettneri* et 0,3% dans l'HE de la résine de *D. edulis* et dans l'HE de *C. schweinfurthii* 10,0%, mais absent dans l'HE de la résine d'*A. klaineana* (tableau 18).

Tableau 19: Pourcentage des différentes classes de constituants de RP des quatre essences

Familles des composés	Essences			
	<i>A. klaineana</i>	<i>C. schweinfurthii</i>	<i>D. buettneri</i>	<i>D. edulis</i>
Monoterpènes	7,1%	-	-	2,0%
Alcools terpéniques	-	31,6%	-	17,5%
Triterpènes	92,9%	68,3%	100,0%	80,5%

Le tableau 19 illustre les profils chimiques des quatre essences présentant des teneurs variables au point de vue qualitatif et quantitative. En effet, les RP de *A. klaineana*, de *C. schweinfurthii*, de *D. buettneri* et *D. edulis* montrent une forte teneur en triterpènes (92,9%, 68,3%, 100% et 80,5% respectivement), à savoir : l' α et l' β -amyrine, des composés qu'on retrouve dans les RP de 3 essences à des teneurs élevées (de 7,7% à 58,6%) (tableau 16).

Le 3-épi- β -amyrine et le 3-épi- α -amyrine sont présents dans les RP de *C. schweinfurthii*, de *D. buettneri* et de *D. edulis*, puis absents dans *A. klaineana*. Le lanostérol (4,7%) est un triterpène qui se trouve uniquement dans la RP de *C. schweinfurthii*. On peut remarquer par exemple que la RP de *D. buettneri* est composé à 100% de triterpènes dont la bétuline à 46,3% et le 3-épi- α -amyrine à 21,5% comme les plus élevés.

Les alcools terpéniques sont présents dans les RP de deux de nos quatre essences. En effet, la RP de *C. schweinfurthii* est celle qui présente la plus forte teneur en monoterpénoïdes (31,6%) avec les composés comme le cis- β -terpinéol (14,5%), terpinen-4-ol (13,8%) complétés par le cis-4-thujanol (3,3%). La RP de *D. edulis* contient uniquement le terpinen-4-ol (17,5%).

Les RP de *C. schweinfurthii* et *D. buettneri*, ne présentent ni de monoterpènes et ni de monoterpénoïdes dans leurs profils chimiques. Par contre, les RP de *A. klaineana* avec seulement l' α -phellandrène (7,1%) et la RP de *D. edulis* avec un taux global de 2,0%, possèdent des monoterpènes.

Les taux d'extraction de nos essences ne correspondent pas aux résultats issus de la littérature. Ceci peut s'expliquer par diverses raisons, telles que l'aspect des résines (les nôtres étaient encore fraîches, presque liquides, différentes de celles que l'on peut retrouver dans le marché local), le type d'appareil de distillation utilisé, ainsi que les quantités qui ont été distillées.

Partie 3 : Résultats et discussions

Les auteurs [Bejlali, 1987](#) ; [Zrira et Bejlali, 1991 et 1992](#), s'accordent avec ces explications. Selon eux : le rendement, les caractéristiques physiques et la composition chimique des huiles essentielles peuvent être également influencés par divers facteurs tels que l'espèce, la période de récolte, l'âge de la plante, l'humidité du matériel végétal, la partie soumise à la distillation et enfin la technique d'extraction d'huile essentielle.

Les oléorésines brutes de nos quatre essences n'avaient pas encore fait l'objet d'une étude approfondie du point de vue de leurs caractérisations chimiques. Les connaissances existantes sur la composition chimique de celles-ci, portaient uniquement sur la fraction peu volatile des oléorésines de la famille des *Burseraceae*, décrits par plusieurs auteurs, identifiant des triterpènes comme composés majoritaires ([Susunaga et al., 2001](#) ; [Cruz-Canizares et al., 2005](#) ; [Siani et al., 2012](#) ; [Rüdiger and Veiga-Junior, 2013](#) et [Lucero-Gomez et al., 2013](#)).

Les variations observées dans la composition chimique des trois fractions des différentes essences, en terme quantitative et qualitative, pourraient être liées à plusieurs facteurs selon la littérature tels que les paramètres écologiques, l'espèce de la plante et son patrimoine génétique ([Senatore, 1996](#) ; [Russo et al., 1998](#) ; [Karousou et al., 2005](#)).

La composition chimique des oléorésines et des HE de certaines plantes peut varier à l'intérieur d'une même espèce ; ces variétés chimiques sont communément appelées chémotypes. Cette variation peut apparaître d'un peuplement à l'autre ou même d'un individu à l'autre et peut être due à des facteurs exogènes comme l'ensoleillement, la nature et les composants du sol, la température, l'altitude, etc., ainsi qu'aux facteurs endogènes comme la composition génétique des individus ([El Ajjouri, 2013](#)).

Cela suggère qu'une grande variabilité est possible dans la composition des oléorésines et des HE. Il resterait à déterminer si les différences dans la composition des HE sont dues à des variations génétiques au sein de l'espèce, aux stades de développement des arbres, à des infections ou à des facteurs environnementaux ([Franz and Novak, 2010](#)).

Le type d'équipement ainsi que le seuil de détection des composés utilisés lors des analyses sont deux des paramètres pouvant également expliquer en partie cette variabilité. Dans la majorité des études citées auparavant, les auteurs ont caractérisés tous les composés présents jusqu'à une précision de 0,001%, alors que dans notre travail, nous nous sommes

Partie 3 : Résultats et discussions

limité à une précision de 0,1%, notre objectif principal étant la valorisation chimique des composés contenus dans oléorésines étudiées.

L'analyse chimique des huiles essentielles des quatre essences à l'aide de la GC/MS a permis d'identifier des monoterpènes et des monoterpènes oxygénés, comme le confirme la littérature. Chaque essence a une composition et un nombre différents de composés.

Quant aux fractions RB et RP d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis*, nous avons identifié dans chacune de ces fractions des mélanges de monoterpènes et des triterpènes.

Après avoir identifié les composants présents dans les différentes fractions des oléorésines d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis*, une étude de leurs effets antifongiques et antitermites est alors menée.

II. Tests antifongiques et antitermites des oléorésines des différentes essences sur quatre pourritures de bois et des termites

Nous avons donc choisi les oléorésines pour leurs potentiels rôles protecteurs contre les invasions microbiennes et les insectes xylophage.

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats issus des tests menés sur les activité anti-fongiques (inhibition de la croissance des champignons) et anti-termites (toxicité ou repulsivité) de nos fractions (RB, RP et HE).

Les résultats sur des ces essais conduits sur les fractions de résines de *D. edulis* ont fait l'objet d'un article scientifique publié dans le journal *Holzforschung* (annexe 1).

II.1. Tests biologiques

II.1.a. Test d'inhibition fongique des différentes oléorésines

Des essais préliminaires ayant montré que pour des solutions avec des concentration en oléorésines inférieures à 200 ppm aucun effet anti-fongique été mis en évidence, les tests conduits sur les trois fractions de résines des quatre essences de bois, sont réalisés avec les trois concentrations suivantes : 500, 1000 et 1500 ppm. Les tableaux 20, 21 et 22 présentant des résultats avec des écart-types sont présentés en annexe 2.

II.1.a.1. Tests avec des résines brutes

Tableau 20: Inhibition de la croissance fongique par les résines brutes après 12 jours maximum

	Inhibition de la croissance (%)											
	Champignons utilisés et concentrations des RB (ppm)											
	CV			PS			CP			PP		
	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500
<i>A.klaineana</i>	35	49	64	22	44	59	52	58	69	29	32	44
<i>C.schweinfurthii</i>	39	52	74	27	48	62	59	66	79	33	43	53
<i>D.buettneri</i>	24	35	51	35	37	43	48	52	59	20	26	28
<i>D.edulis</i>	13	59	69	32	42	50	52	69	80	24	28	43

Partie 3 : Résultats et discussions

CV = *Coriolus versicolor* ; PS = *Pycnoporus sanguineus* ; CP = *Coniophora puteana* ; PP = *Poria placenta* ; ppm = partie par million ; RB = Résine brute

D'après le tableau 20, les RB d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* avec une concentration de 500 ppm montrent une très faible activité antifongique vis-à-vis des quatre souches de champignons testées, avec les inhibitions de croissance ne dépassant pas les 59%.

A une concentration de 1000 ppm, les RB d'*A. klaineana*, de *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis*, présentent également une faible activité antifongique, avec des inhibitions de croissance qui varient entre 26 et 69%.

Avec la plus forte concentration testée, soit à 1500 ppm, les inhibitions de croissance ne dépassent pas les 80%. Les RB d'*A. klaineana*, de *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* ont une très faible activité antifongique.

Dans la majorité des modalités testées, la RB de *C. schweinfurthii* apparaît comme étant celle ayant une activité antifongique légèrement supérieure à celle des trois autres. Celle la RB de *D. buettneri* étant quant à elle la plus faible. *C. puteana* et *C. versicolor* sont les champignons qui ont montré une plus grande sensibilité face aux RB à une concentration 1500 ppm, des quatre essences, avec des inhibitions de croissance à plus de 59%.

Puisque les RB donnaient des faibles performances, d'un point de vue d'activité antifongique, nous avons donc décidé de séparer ces résines brutes en deux fractions (HE et RP) afin d'évaluer séparément leur comportement.

II.1.a.2. Tests avec les huiles essentielles

Tableau 21: Inhibition de la croissance fongique par les huiles essentielles après 12 jours maximum

	Inhibition de la croissance (%)											
	Champignons utilisés et concentrations des HE (ppm)											
	CV			PS			CP			PP		
	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500
<i>A.klaineana</i>	57	86	100	40	70	100	70	97	100	54	74	100
<i>C.schweinfurthii</i>	59	100	100	64	100	100	84	100	100	64	97	100
<i>D.buettneri</i>	12	18	33	20	25	33	25	41	51	32	28	44
<i>D.edulis</i>	35	67	99	44	75	100	54	76	100	62	90	100

CV = *Coriolus versicolor* ; PS = *Pycnoporus sanguineus* ; CP = *Coniophora puteana* ; PP = *Poria placenta* ; ppm = partie par million ; HE = Huile essentielle.

Selon le tableau 21, à une concentration de 500 ppm, les HE de *D. buettneri* ont montré une très faible activité antifongique avec des taux d'inhibition de croissances ne dépassant pas les 32%. Alors qu'à cette même concentration, *P. sanguineus*, *C. puteana* et *P. placenta* se sont comportés différemment vis-à-vis des HE de *C. schweinfurthii* ; *A. klaineana* et *D. edulis* avec des inhibitions de croissance qui varient de 40% à 84%.

L'HE de *C. schweinfurthii* a montré une grande résistance vis-à-vis des souches fongiques étudiées, à partir d'une concentration de 1000 ppm, avec des inhibitions de croissance égales à 100% sur trois des quatre pourritures du bois et à 97% sur *P. placenta*.

C'est seulement à partir de 1500 ppm que les HE d'*A. klaineana* et *D. edulis* ont montré une forte activité antifongique sur les différents champignons étudiés (99-100%).

L'HE de *D. buettneri* est donc la moins active de toutes les HE, car même à 1500 ppm, elle ne dépasse pas les 51% en inhibition de croissance, tous champignons confondus.

Des quatre pourritures de bois étudiées, *P. placenta* s'est légèrement montrée insensible aux HE.

II.1.a.3. Tests avec les résines purifiées

Tableau 22: Inhibition de la croissance fongique par les résines purifiées après 12 jours maximum

	Inhibition de la croissance (%)											
	Champignons utilisés et concentrations des RP (ppm)											
	CV			PS			CP			PP		
	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500
<i>A.klaineana</i>	13	23	38	25	32	37	29	44	54	33	34	49
<i>C.schweinfurthii</i>	27	28	40	39	47	50	37	58	74	34	39	57
<i>D.buettneri</i>	12	18	33	20	25	33	25	41	51	32	28	44
<i>D.edulis</i>	30	30	35	13	17	37	12	18	22	16	20	24

CV = *Coriolus versicolor* ; PS = *Pycnoporus sanguineus* ; CP = *Coniophora puteana* ; PP = *Poria placenta* ; ppm = partie par million ; RP = Résine purifiée

Le tableau 22 indique que les RP d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis* ont toutes montré, pour des concentrations de 500 ppm, de très faible activité antifongique face aux quatre espèces fongiques, avec des inhibitions de croissance qui varient entre 12 et 39%.

A 1000 ppm, les inhibitions de croissance varient de 17 à 47% sur toutes les souches fongiques testées, illustrent que les RP d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis* ont également une très faible activité antifongique à cette concentration.

On observe qu'à 1500 ppm, l'inhibition de la croissance n'atteint pas les 60%, les RP d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis* ont également une très faible activité antifongique.

La RP de *D. buettneri* a donné les plus faibles inhibitions de croissance sur les quatre champignons, à 1500 ppm, on constate les inhibitions de croissance sont inférieures à 51%.

On peut donc remarquer que la RP de *C. schweinfurthii*, a une activité bien meilleure que celle des trois autres, et que l'activité de la RB de *D. buettneri* était la plus faible. *C. puteana* et *P. placenta* sont les champignons qui se sont montrés assez sensibles face aux RP à 1500 ppm, d'où des inhibitions de croissance à plus de 74%.

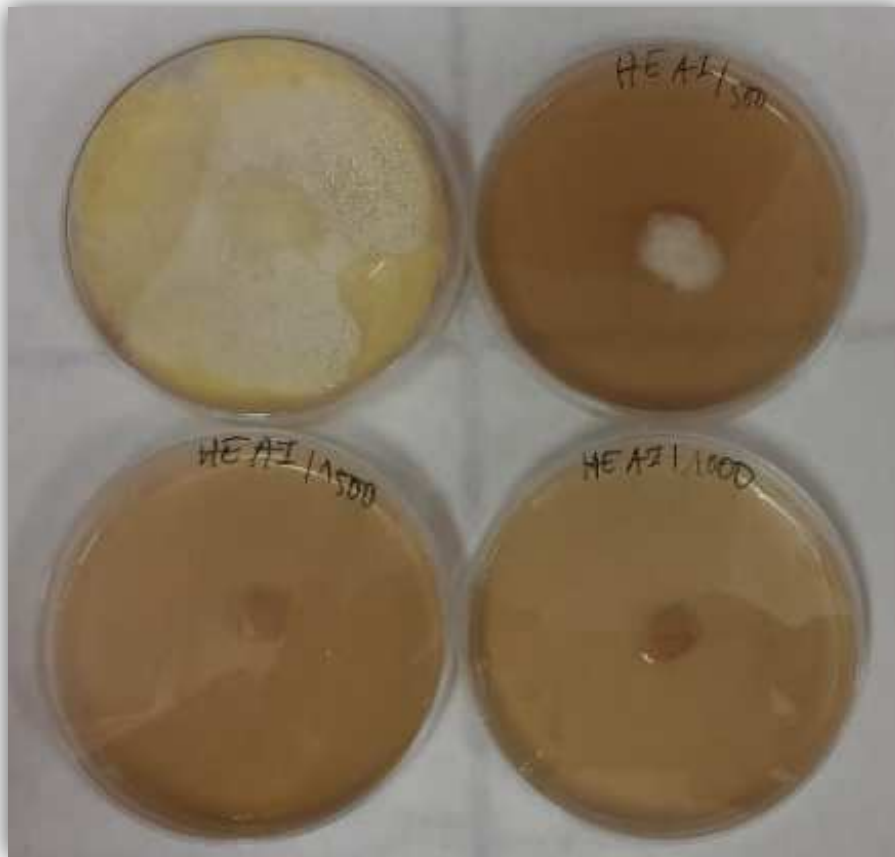


Figure 55: Visuel de l'inhibition de la croissance de *C. puteana* face à l'HE de *C. schweinfurthii*

On peut remarquer, sur la figure 55, une très faible croissance de *C. puteana* dans la boîte de Pétri contenant 500 ppm de concentration d'HE de *C. schweinfurthii* une absence de développement de *C. puteana* dans les boîtes contenant 1000 et 1500 ppm, et enfin un développement total de *C. puteana* dans la boîte témoin, c'est-à-dire celle qui ne contient pas d'HE, ce qui signifie que l'HE de *C. schweinfurthii* a une forte activité antifongique sur *C. puteana*.

II.2. Tests antitermites

II.2.a. Test avec les résines brutes

Les résultats des tests antitermites des RB vis-à-vis l'espèce de type *R. flavipes* sont reportés dans le tableau 23.

Tableau 23: Perte de masse des papiers imbibés de résines brutes après 2 semaines d'exposition

	Concentration des RB (m/m)	PMter (%)		TS(%)	
		20°C, 2h	103°C, 1h	20°C, 2h	103°C, 1h
	Eau	39,4±5,6	38,8±4,9	70,0±5,0	93,3±2,9
	Acétone	26,2±6,7	18,7±6,7	65,0±5,0	75,0±10,0
<i>A.klaineana</i>	RB/Ac (1/1)	3,5±0,9	4,5±0,7	0,0±0,0	6,0±5,0
	RB/Ac (1/3)	7,3±2,4	11,3±0,1	7,7±2,9	25,0±5,0
<i>C.schweinfurthii</i>	RB/Ac (1/1)	2,8±1,1	3,4±0,1	0,0±0,0	5,0±8,7
	RB/Ac (1/3)	4,4±0,4	6,2±0,6	5,0±8,7	5,0±8,7
<i>D.buettneri</i>	RB/Ac (1/1)	2,3±0,3	6,3±1,1	8,3±2,9	11,7±10,4
	RB/Ac (1/3)	7,0±0,8	9,1±0,1	11,7±2,9	26,7±23,0
<i>D.edulis</i>	RB/Ac (1/1)	4,5±0,8	8,2±1,0	0,0±0,0	8,3±5,8
	RB/Ac (1/3)	11,1±0,7	14,3±1,0	16,7±2,9	26,7±5,8

PMter = Perte de masse des papiers filtre ; TS = Taux de survie des termites ; Ac = Acétone ; RB = Résine brute

Les résultats du tableau 23 mettent en évidence que le papier témoin imprégné uniquement d'eau ou d'acétone n'a aucun effet sur le comportement des termites, comme le montrent les pertes de masse enregistrées (PMter > 18,7%) et le taux de survie des termites (TS > 65,0%) à la fin de l'essai. Fondamentalement, tous les traitements impliquant les RB ont montré un effet protecteur du papier Whatman. Les meilleurs résultats ont été obtenus avec les solutions concentrées (1/1) conduisant à des pertes de masse inférieures à 3,5% et un taux de survie des termites de 0%, lorsque les papiers sont séchés à l'air libre (20°C).

En effet, nous observons respectivement : des pertes de masse de 3,5% et des taux de survies de 0% pour la RB d'*A. klaineana* ; 2,8% et 0% pour la RB de *C. schweinfurthii* ; 2,3% et 8,3% pour la RB de *D. buettneri* et enfin 4,5% et 0% pour la RB de *D. edulis*.

La dilution des solutions à une concentration 1/3 a augmenté les deux indicateurs, perte de masse et taux de survie. L'effet de la température de séchage est clairement visible.

Parmi les quatre RB, celle de *C. schweinfurthii* a montré la plus forte activité antitermite par rapport à celle des trois autres essences. Celles de *A. klaineana* et *D. edulis* sont sensiblement égales. La RB de *D. buettneri* s'est montrée la moins efficace.

II.2.b. Tests avec les huiles essentielles

Les résultats des tests antitermites des HE vis-à-vis l'espèce de type *R. flavipes* sont reportés dans le tableau 24.

Tableau 24: Perte de masse des papiers imbibés d'huile essentielles après 2 semaines d'exposition

	Concentration des HE (m/m)	PMter (%)	TS (%)
		20°C, 2h	
	Eau	39,4±5,6	70,0±5,0
	Acétone	26,2±6,7	65,0±5,0
<i>A.klaineana</i>	HE/Ac (1/1)	1,9±0,1	0,0±0,0
	HE/Ac (1/3)	2,1±0,1	0,0±0,0
<i>C.schweinfurthii</i>	HE/Ac (1/1)	0,7±1,3	0,0±0,0
	HE/Ac (1/3)	1,4±1,3	0,0±0,0
<i>D.buettneri</i>	HE/Ac (1/1)	28,2±2,3	41,7±5,8
	HE/Ac (1/3)	31,6±7,8	71,7±5,8
<i>D.edulis</i>	HE/Ac (1/1)	0,0±0,0	0,0±0,0
	HE/Ac (1/3)	4,7±2,2	0,0±0,0

PMter = Perte de masse des papiers filtre ; TS = Taux de survie des termites ; Ac = Acétone ; HE= Huile essentielle.

Le tableau 24 montre que les papiers imprégnés avec les solutions des HE d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis*, ont une forte résistance face aux termites. Pour chacune de ces essences, tous les termites sont morts (taux de survie=0%) avant la fin du test, les papiers Whatman n'étant que légèrement dégradés par les termites (PMter<1,9%) à la concentration la plus élevée (1/1). L'utilisation des solutions moins concentrées d'HE (1/3) n'a pas pu empêcher une légère dégradation du disque de papier, mais le taux de survie des termites est

toujours de 0%. Les HE d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* présentent donc une forte activité antitermite.

L'HE de *D. buettneri* montre une très faible activité antitermite aussi bien avec la solution la plus concentrée (1/1) que la diluée (1/3), avec des pertes de masse supérieures à 28,2% et des taux de survies d'au moins 41,7%.

II.2.c. Tests avec les résines purifiées

Les résultats des tests antitermites des RP sur *R. flavipes* sont reportés dans le tableau 25 :

Tableau 25: Perte de masse des papiers imbibés de résines purifiées après 2 semaines d'exposition

Concentration des RP (m/m)		PMter (%)		TS (%)	
		20°C, 2h	103°C, 1h	20°C, 2h	103°C, 1h
Eau		39,4±5,6	38,8±4,9	70,0±5,0	93,3±2,9
Acétone		26,2±6,7	18,7±6,7	65,0±5,0	75,0±10,0
<i>A.klaineana</i>	RP/Ac (1/1)	1,4±0,0	4,7±1,3	3,3±2,8	4,2±5,0
	RP/Ac (1/3)	2,5±1,7	6,6±7,1	3,3±5,8	6,7±5,8
<i>C.schweinfurthii</i>	RP/Ac (1/1)	0,0±0,0	3,2±1,3	0,0±0,0	0,0±0,0
	RP/Ac (1/3)	4,7±0,2	8,4±1,5	0,0±0,0	6,7±7,6
<i>D.buettneri</i>	RP/Ac (1/1)	1,6±0,5	5,1±0,1	3,8±2,9	4,2±7,2
	RP/Ac (1/3)	4,5±0,9	11,8±0,9	6,0±8,7	10,0±7,6
<i>D.edulis</i>	RP/Ac (1/1)	2,8±0,1	6,0±0,9	0,0±0,0	0,0±0,0
	RP/Ac (1/3)	4,5±0,5	7,4±1,0	0,0±0,0	6,7±11,6

PMter = Perte de masse des papiers filtre ; TS= Taux de survie des termites ; Ac = Acétone ; RP= Résine purifiée

Il ressort des résultats du tableau 25 que le papier témoin imprégné uniquement d'eau ou d'acétone a bien été fortement dégradé par les termites, comme le montrent les pertes de masse enregistrées, supérieures à 18,7% et les taux de survie supérieurs à 65% à la fin de l'essai. Tous les traitements impliquant la RP ont montré un effet protecteur du papier Whatman. Les meilleurs résultats sont obtenus avec la solution concentrée 1/1 conduisant à des pertes de masse de inférieures à 2,8% et un taux de survie inférieurs à 3,8%.

Partie 3 : Résultats et discussions

En effet, nous obtenus les pertes de masse obtenues sont de 1,4%, 0%, 1,6% et 2,8% puis des taux de survies qui varient de 3,8% à 0% pour les RP d'A. *klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis*. Les RP des quatre essences présentent donc une forte activité antitermite.

La dilution de la solution à 25% [RP/Ac (1/3)] entraîne une augmentation légère de ces indicateurs. Cependant, les pertes de masse ne dépassent pas 4,5% et les taux de survies restent inférieurs à 6%. L'effet de la température de séchage de l'étuve (103°C) sur les papiers filtres est clairement visible, c'est-à-dire que l'exposition à une température élevée pendant 1h diminue l'efficacité des papiers traités.

Parmi les quatre RP, celle de *C. schweinfurthii* a montré une forte activité antitermite, légèrement supérieure aux trois autres.



Figure 56: Visuel des papiers filtre après exposition aux termites

La figure 56 illustre les papiers filtres séchés après exposition aux termites. Les papiers filtres témoins imprégnés d'eau et d'acétone sont bien plus dégradés que les papiers filtres imprégnés des différentes fractions des différentes essences, exceptés pour les papiers imprégnés par les résines de *D. buettneri*. Ces résultats montrent bien que les différentes

fractions des résines d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii* et *D. edulis* ont une forte activité antitermite.

II.3. Discussion

Les RB d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* montrent une efficacité antifongique globalement modérée, et ce résultat semble être due à la partie HE plutôt que la RP.

Pour la concentration la plus élevée, les HE des résine d'*A.klaineana*, *C. schweinfurthii* et *D. edulis* ont montré une forte activité antitermite par rapport aux deux autres fractions, excepté celle de *D. buettneri*, qui s'est également révélée moins efficace que les deux autres fractions de la même essence.

La RP de *C. schweinfurthii*, lui a montré un effet antitermite bien meilleur que les RB de toutes les essences. Les RP d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii* et *D. edulis* sont efficaces même après séchage à 103°C, à la plus grande concentration.

Les RB d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii* et *D. edulis* ont une faible activité fongique sur les pourritures de bois étudiées, cependant ces RB présentent une forte activité face à *R. flavipes*.

Les HE de *C. schweinfurthii*, *A. klaineana* et *D. edulis* exercent une forte activité antifongique contre les champignons de pourritures de bois testés, Elles présentent toutefois une forte activité antitermite vis-à-vis de *R. flavipes*.

Les RP de *A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* présentent une activité très faible antitermite contre les quatre souches fongiques étudiées, mais indiquent une très forte activité antitermite.

L'efficacité sur les termites et les faibles activités sur les champignons pourraient être dues à leurs profils chimiques riches en terpènes, alcools terpéniques et en triterpènes.

Les résultats obtenus sont en accord avec ceux de la littérature. En effet, [Tedonkeng et al., 2004](#) ont montré que les huiles essentielles d'*Eucalyptus saligna*, contenant α -pinène (29,5%) et bicyclogermacène (12,5%) sont toxiques pour les tiques (*Rhipicephalus lunulatus*). Une autre étude réalisée sur l'huile de *Myristica fragrans* a montré que le myrcène, β -pinène, sabinène, α -pinène, α -thujène et limonène provoquaient la mortalité des termites à une dose

Partie 3 : Résultats et discussions

de 1 mg/g (Pal *et al.*, 2011). Les extraits de bois de cœur de *Madhuca* ont présenté une activité contre *Coptotermes gestroi* et cet effet est attribué à la présence de l' γ -terpinène, le terpinène-4-ol, l'eicosane et le p-cymène (Kadir *et al.*, 2014). L' γ -terpinène et le p-cymène ont été identifiés comme responsables des propriétés antitermites d'*E. camaldulensis* contre *C. formosanus* (Sramon *et al.*, 2009).

L' α -phellandrène, le sabinène, l' α -pinène et le terpin-4-ol, sont décrits par Carson et Riley, 1995 ; Cox, 2001 ; Inouye *et al.*, 2001, comme possédant des activités antibactériennes et antifongiques. Le mélange d' α et d' β -amyrine aurait des propriétés antifongiques (Medzegue, 2007).

L'inefficacité des deux autres fractions, sur l'activité antifongique pourrait également être liée à leur teneur en triterpènes (L' α -amyrine, l' β -amyrine et le lupéole) connus pour leurs propriétés anti-inflammatoires (Geetha et Varalakshmi, 2001 ; Susunaga *et al.*, 2001). Mais aussi à l'absence en quantité suffisante d' α et β -amyrines, car le mélange α et β -amyrine de l'oléorésine de l'Okoumé (*A. klaineana*) oppose une résistance au développement de spores de champignons selon Medzegue (2007).

Les faibles activités antitermites et antifongiques de l'HE de *D. buettneri* seraient dues à sa composition chimique qui est riche en α -pinène (81,9%) et en β -pinène (12,8%). En s'appuyant des résultats de Knobloch *et al.*, 1989 ; Chalchat *et al.*, 2000, qui ont montré que les molécules présentes dans les huiles essentielles d'*Ocimum canum* et d'*Ocimum urticifolia* du Zimbabwe telles que l' α -pinène, le β -pinène et le limonène, sont responsables du faible pouvoir antimicrobien. Ce qui semblerait être le cas des dites molécules sur les différentes souches testées.

L'inefficacité de la RP et de la RB de *D. buettneri*, pourrait s'expliquer par leurs profils chimiques également riche en α -amyrone, en l'urs-12-en-28-ol et en bétuline, qui ne sont pas connus comme étant des molécules ayant une activité antifongique ou antitermite. La bétuline est détectée comme étant le principal constituant du bouleau jaune et possède des activités anticancéreuses (Lavoie et Stevanovic, 2006). Elle possède aussi des qualités spécifiques comme des activités antibactériennes (Dzubak *et al.*, 2006). La bétuline et ses dérivés ont d'autres effets biologiques intéressants dont les activités anti-inflammatoires, antivirales, anti-VIH et hépato-protectrices (Dzubak *et al.*, 2006).

Partie 3 : Résultats et discussions

Certains travaux (Cosentino *et al.*, 1999), ont montré que plus une HE (huile essentielle de l'espèce *Thymus* de Sarde) est riche en phénols, plus elle est efficace vis-à-vis des bactéries d'origine alimentaire. Par contre les phénols ne sont pas les seules molécules responsables de l'intégralité de l'activité observée, mais la totalité de la composition chimique qui doit être prise en compte, ce qui pourrait expliquer l'efficacité de nos fractions sur les termites, en effet. L'efficacité observée sur les champignons de pourritures testés serait attribuée à une synergie entre les monoterpènes, les monoterpénoïdes et des triterpènes présents dans les différentes fractions.

Franchome (1981) et Lahlou (2004) ont montré que les HE sont plus actifs sur les microorganismes par rapport aux composés majoritaires testés séparément, et cela quelle que soit l'essence testée. L'association ou la synergie de tous les composés présents dans les différentes fractions ont un grand rôle dans l'efficacité antitermite observée.

Au vu de leurs propriétés plus termicides que fongicides, les oléorésines sélectionnées sont engagées dans une étude plus approfondie, afin d'exploiter ce potentiel termicide dans le domaine de la préservation du bois d'œuvre à l'échelle industrielle.

III. Evaluation de l'efficacité des oléorésines d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis* pour la préservation du bois

Trois fractions de deux essence parmi les des quatre ont présenté de fortes propriétés antitermites contre *R. flavipes* et de faibles activités antifongiques sur les pourritures de bois testées. Il est donc intéressant d'exploiter ces résultats dans les essais d'efficacité sur des éprouvettes de bois imprégnées avec des solutions préparées à partir de toutes les fractions isolées et confrontées à des termites et des pourritures du bois.

Pour réaliser cette étude, nous nous sommes inspirés des travaux de [Bravery \(1979\)](#) pour les tests contre les quatre souches fongiques étudiées et de la EN 117 pour les tests contre les termites, les deux méthodes sont légèrement adaptées.

Ce sont des méthodes quantifient le taux de survies pour les termites et les pertes de masse anhydre d'échantillons de bois à l'attaque de ses principaux agents de dégradation.

Nous allons donc tester, dans ce chapitre, la capacité des différentes fractions d'oléorésines d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* dans la préservation d'aubier de Pin et de Hêtre contre deux pourritures brunes, deux pourritures blanches et l'espèce de termite *R. flavipes*. Les résultats sur ces essais conduits sur les fractions de résines de *D. edulis* ont fait l'objet d'un article scientifique publié dans le journal *Holzforschung* (annexe 1).

III.1. Imprégnation et lessivage des éprouvettes traitées

III.1.a. Gain de masse et taux de lessivage des éprouvettes traitées par les RB

Le tableau 26 indique les gains de masse en pourcentage obtenus après imprégnation avec une formulation à base des différentes RB, ainsi que le taux de lessivage et les gains de masse finaux après lessivage des échantillons de pin et de hêtre.

Tableau 26: Gain de masse avant et après lessivage

	Formulation à base de RB	Essence de bois traité	Gain de masse (%)		
			Avant lessivage	Après lessivage	Taux de lessivage (%)
A.klaineana		Pin	19,2±0,5	17,5±1,5	9,0±6,8
		Hêtre	11,5±1,0	9,1±1,0	18,6±3,5
C.schweinfurthii		Pin	19,8±2,7	17,4±2,5	11,9±4,1
	RB(20%)/ EtOH(80%)	Hêtre	13,4±1,9	11,3±1,8	16,1±3,4
D.buettneri		Pin	12,5±2,7	10,6±2,6	15,2±3,8
		Hêtre	9,0±1,0	7,3±1,1	18,4±3,8
D.edulis		Pin	11,9±5,1	10,3±4,8	14,3±4,2
		Hêtre	10,4±0,5	9,2±0,8	11,8±4,0

RB = Résine brute ; EtOH = Ethanol

Avant lessivage, les gains de masse des éprouvettes imprégnées par RB d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* varient de 9 à 13,4% et de 11,9 à 19,8% pour respectivement le hêtre et le pin.

Après lessivage, les gains de masse des éprouvettes traitées de RB d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* varient de 7,3 à 11,3% et de 10,3 à 17,5% pour respectivement le hêtre et le pin.

Le taux de lessivage des éprouvettes qui sont traitées par les RB des quatre essences varie respectivement de 11,8 à 18,6% et de 9 à 11,9% pour le hêtre et le pin.

Ces résultats nous montrent que les RB s'imprègnent mieux dans le pin que dans le hêtre. Plus les RB ont des composés alcooliques dans leurs compositions plus ils sont sensibles face au lessivage. Cependant, toutes les formulations testées à base de RB résistent plutôt bien au lessivage. Les RB d'*A. klaineana* et *C. schweinfurthii* s'imprègnent beaucoup mieux et résistent également mieux au lessivage par rapport aux RB de *D. buettneri* et *D. edulis*.

III.1.b. Gain de masse et taux de lessivage des éprouvettes traitées par les HE

Le tableau 27 montre les gains de masse en pourcentage obtenus après imprégnation avec une formulation à base des différentes HE, ainsi que le taux de lessivage et les gains de masse ultérieurs après lessivage pour les éprouvettes de pin et de hêtre.

Tableau 27: Gain de masse avant et après lessivage

	Formulation à base d'HE	Essence de bois traité	Gain de masse (%)		
			Avant lessivage	Après lessivage	Taux de lessivage (%)
<i>A.klaineana</i>		Pin	0,9±0,1	0,0±0,0	100,0±0,0
		Hêtre	0,8±0,0	0,0±0,0	100,0±0,0
<i>C.schweinfurthii</i>	HE(5%)/ EtOH(95%)	Pin	2,4±0,9	0,0±0,0	100,0±0,0
		Hêtre	1,6±0,1	0,0±0,0	100,0±0,0
<i>D.buettneri</i>		Pin	2,0±0,6	0,0±0,0	100,0±0,0
		Hêtre	1,0±0,4	0,0±0,0	100,0±0,0
<i>D.edulis</i>		Pin	2,0±1,0	0,4±0,5	100,0±0,0
		Hêtre	1,2±0,4	0,1±0,3	90,0±22,4

HE = Huile essentielle ; EtOH = Ethanol

Avant lessivage, les gains de masse des éprouvettes imprégnées par les HE d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* varient de 0,8 à 1,6% et de 0,9 à 2,4% pour le hêtre et le pin respectivement.

Après lessivage, les gains de masse des éprouvettes imprégnées par les HE varient de 0,1 à 0% et de 0,4 à 0,0% pour le hêtre et le pin respectivement.

On constate que les HE s'imprègnent légèrement mieux dans le pin que dans le hêtre, mais dans un ordre de grandeur très faible. Par contre, ces formulations à base d'HE ne résistent pas du tout au lessivage, ni même au séchage après imprégnation.

III.1.c. Gain de masse et taux de lessivage des éprouvettes traitées par les RP

Le tableau 28 illustre les gains de masse en pourcentage obtenus après imprégnation avec une formulation à base de différentes RP, ainsi que les gains de masse après lessivage et le taux de lessivage pour les éprouvettes de pin et de hêtre.

Tableau 28: Gain de masse avant et après lessivage

	Formulation à base de RP	Essence de bois traité	Gain de masse (%)		
			Avant lessivage	Après lessivage	Taux de lessivage (%)
<i>A.klaineana</i>		Pin	19,8±1,2	17,1±2,1	14,0±6,5
		Hêtre	12,2±1,5	10,6±1,4	12,9±1,0
<i>C.schweinfurthii</i>		Pin	18,4±3,6	16,1±4,0	13,4±5,3
	RP(20%)/ EtOH(80%)	Hêtre	10,6±1,4	8,8±1,1	16,8±3,2
<i>D.buettneri</i>		Pin	17,8±3,4	15,2±3,6	15,1±4,9
		Hêtre	11,9±0,4	10,4±0,4	13,0±0,5
<i>D.edulis</i>		Pin	18,9±0,8	17,0±0,9	10,3±2,0
		Hêtre	13,0±0,5	11,5±2,0	11,6±0,3

RP = Résine purifiée ; EtOH = Ethanol

Avant lessivage, les gains de masse des éprouvettes imprégnées par les RP d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* varient de 10,6 à 13,0% et de 17,8 à 19,8% pour le hêtre et le pin respectivement.

Après lessivage, les gains de masse des éprouvettes imprégnées varient de 8,8 à 11,5% et de 15,2 à 17,1% pour le hêtre et le pin respectivement.

Le taux de lessivage des éprouvettes traitées par les RP des quatre essences varie respectivement de 11,6 à 16,8% et de 10,3 à 15,1% pour le hêtre et le pin.

Le tableau 26 nous renseigne également que les RP s'imprègnent bien mieux dans le pin que dans le hêtre et que ces traitements à base de RP résistent plutôt bien au lessivage.

Les différences observées entre les taux d'imprégnation du pin et du hêtre sont probablement liées aux différences des structures anatomiques de ces deux essences de bois. En effet, le pin

Partie 3 : Résultats et discussions

étant un arbre résineux, la pénétration des solutions est sûrement facilitée par les canaux résinifères et donc le chemin emprunté lorsque les résines exsudent, alors que le hêtre n'en possède pas, mais a plutôt des vaisseaux beaucoup plus larges.

Les RP résistent au lessivage certainement grâce à leurs profils chimiques qui ne contiennent pas d'alcools terpéniques et ne possèdent qu'une très faible quantité des terpènes, car ces derniers peuvent devenir solubles dans l'eau et s'en aller avec l'eau du lessivage.



Figure 57: Les éprouvettes de hêtre et d'aubier de pin sylvestre imprégnées avant exposition aux différents agents de dégradation du bois

La figure 57 montre les éprouvettes de pin et de hêtre imprégnées par les différentes solutions après séchage à 103°C et avant exposition aux différents agents de dégradation. On peut observer une coloration légèrement plus foncée des éprouvettes imprégnées par rapport à celle des éprouvettes témoins.

III.2. Résistance fongique

III.2.a. Traitement à base de résine brute

Tableau 29: Perte de masse des éprouvettes traitées par les RB, 12 semaines après exposition aux 4 champignons de pourriture

Traitement à base de RB		Perte de masse (%)			
		<i>C. versicolor</i>	<i>P.sanguineus</i>	<i>C. puteana</i>	<i>P. placenta</i>
<i>A.klaineana</i>	RB(1%)/ EtOH(99%)	38,2±0,6	39,9±0,2	49,8±4,4	53,6±3,5
	Contrôle	40,2±0,8	47,9±2,6	56,9±4,8	54,8±2,7
	RB(5%)/ EtOH(95%)	35,5±0,5	33,2±1,1	40,7±3,5	50,0±3,1
	Contrôle	41,8±1,9	42,2±0,6	47,3±3,4	55,4±3,1
	RB(10%)/ EtOH(90%)	16,7±0,4	12,6±1,1	31,7±1,5	36,4±3,0
	Contrôle	42,7±1,2	39,9±0,2	50,8±3,1	48,3±3,5
	RB(20%)/ EtOH(80%)	17,8±2,3	11,4±1,3	18,7±3,7	23,9±1,4
	Contrôle	41,9±0,57	47,3±2,5	54,8±0,7	45,9±0,7
<i>C.schweinfurthii</i>	RB(1%)/ EtOH(99%)	26,6±1,2	30,3±0,2	47,9±1,9	46,7±3,1
	Contrôle	30,9±2,0	40,0±1,1	53,6±2,4	48,5±2,9
	RB(5%)/ EtOH(95%)	22,9±0,6	9,6±0,7	38,9±3,5	43,9±1,1
	Contrôle	34,0±1,1	39,8±0,4	44,5±1,2	49,0±1,1
	RB(10%)/ EtOH(90%)	16,1±0,5	7,7±0,5	37,6±2,9	35,1±0,5
	Contrôle	30,0±0,4	39,5±1,1	46,0±1,5	48,8±0,5
	RB(20%)/ EtOH(80%)	13,8±0,6	4,9±0,3	3,9±1,2	23,4±1,2
	Contrôle	41,9±5,8	33,8±1,8	50,9±3,1	48,1±2,4
<i>D.buettneri</i>	RB(1%)/ EtOH(99%)	38,5±2,2	33,3±1,1	53,7±0,7	46,2±3,7
	Contrôle	41,9±2,9	35,5±7,1	55,1±3,4	47,3±5,2
	RB(5%)/ EtOH(95%)	30,0±2,0	27,7±3,6	45,7±3,5	39,4±1,8
	Contrôle	34,4±1,4	33,7±1,7	49,3±2,0	41,1±3,0
	RB(10%)/ EtOH(90%)	28,1±0,8	33,6±5,0	41,8±2,0	40,7±2,1
	Contrôle	39,3±1,0	41,8±3,0	52,9±4,8	45,1±3,4
	RB(20%)/ EtOH(80%)	16,5±3,0	22,3±2,0	27,0±2,2	37,1±2,5
	Contrôle	38,5±2,5	33,8±1,6	42,3±6,4	46,1±4,3
<i>D.edulis</i>	RB(1%)/ EtOH(99%)	31,0±6,1	17,8±3,6	53,4±0,8	52,5±4,9
	Contrôle	34,8±2,1	19,4±2,4	54,3±7,3	54,9±4,2
	RB(5%)/ EtOH(95%)	29,6±9,8	13,7±3,6	50,5±8,9	40,0±3,8
	Contrôle	36,2±3,8	20,2±0,8	51,5±5,5	52,6±3,2
	RB(10%)/ EtOH(90%)	27,9±5,8	12,4±1,5	49,5±0,7	30,9±4,8
	Contrôle	35,3±6,0	23,9±0,2	55,0±5,2	56,7±5,1
	RB(20%)/ EtOH(80%)	8,0±3,2	7,9±1,1	1,7±0,8	28,2±3,1
	Contrôle	34,3±1,1	33,4±4,0	49,1±4,2	46,5±8,5
Contrôle de virulence		43,7±1,1	48,0±0,8	58,6±2,6	56,6±5,4

Partie 3 : Résultats et discussions

On peut observer dans le tableau 29 que les pertes de masse des éprouvettes traitées par les RB d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis* vis-à-vis des quatre champignons sont supérieures à 10% pour les faibles concentrations testées (1%, 5% et 10%) et que celles-ci, sont largement inférieures à la valeur des pertes de masse des éprouvettes témoins. Ces résultats montrent clairement que ces concentrations n'ont apporté qu'une amélioration très marginale de la résistance du bois vis-à-vis des champignons.

Pour les traitements impliquant des solutions à une concentration en RB de 20 % d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, et *D. edulis* les pertes de masse des éprouvettes imprégnées contre *P. sanguineus*, *C. versicolor* et *C. puteana* sont inférieures à 9,0%. Ces résultats indiquent que la RB de ces trois essences ont légèrement augmenté la durabilité des éprouvettes traitées. Notamment, nous obtenons pour les RB de *D. edulis* et *C. schweinfurthii*, des pertes de masse dont les valeurs varient de 1,7 à 3,9% sur *C. puteana* et 7,9 à 4,9% contre *P. sanguineus*. *P. placenta* se révèle être le champignon le plus insensible aux RB des différentes essences testées.

A cette même concentration de 20%, les pertes de masse des blocs de bois imprégnés de RB de *D. buettneri* sont supérieures à 16,5% sur les 4 souches testées et sont largement inférieures à la valeur des pertes de masse des éprouvettes témoins, ce qui montre clairement que la RB de *D. buettneri* n'a apporté aucune résistance à nos éprouvettes traitées.

Les pertes de masse observées sur les RB de *C. schweinfurthii* et *D. edulis* sont sensiblement égales et apportent une meilleure amélioration de la résistance des éprouvettes vis-à-vis des pourritures étudiées par rapport aux deux autres essences (*A. klaineana* et *D. buettneri*).

III.2.b. Traitement à base d'huiles essentielles

Tableau 30: Perte de masse des éprouvettes traitées par les HE, 12 semaines après exposition aux 4 champignons de pourriture

	Traitement à base de HE	Perte de masse (%)			
		<i>C. versicolor</i>	<i>P. sanguineus</i>	<i>C. puteana</i>	<i>P. placenta</i>
<i>A. klaineana</i>	HE(5%)/ EtOH(95%)	24,7±4,1	15,3±1,5	1,7±0,6	28,2±2,6
	Contrôle	39,6±1,8	27,8±2,6	45,6±2,3	45,9±1,0
<i>C. schweinfurthii</i>	HE(5%)/ EtOH(95%)	17,6±0,6	5,3±0,8	1,1±0,2	31,1±2,2
	Contrôle	42,6±1,9	22,0±0,7	40,7±1,5	49,6±4,9
<i>D. buettneri</i>	HE(5%)/ EtOH(95%)	35,0±3,3	21,7±1,7	3,8±2,0	36,1±5,1
	Contrôle	40,5±3,7	35,1±2,4	11,7±1,2	43,9±3,0
<i>D. edulis</i>	HE(5%)/ EtOH(95%)	9,0±1,6	8,9±2,4	0,8±0,8	34,7±2,5
	Contrôle	35,6±6,6	29,3±2,4	18,1±2,0	41,9±3,0
	Contrôle de virulence	43,7±1,1	48,0±0,8	58,6±2,6	56,6±4,1

D'après le tableau 30, on constate que les pertes de masse des échantillons traités par les HE d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis* vis-à-vis des de *C. puteana* sont toute inférieures à 4,0% et que celles-ci sont largement inférieures aux pertes de masse des éprouvettes témoins, ce qui démontre clairement que les HE des quatre essences ont apporté une grande amélioration de la résistance des éprouvettes avec une protection totale contre ce champignon.

Pour l'HE de *C. schweinfurthii*, les pertes de masse des éprouvettes imprégnées contre *P. sanguineus* et *C. versicolor* sont inférieures à 18 et à 6,0% respectivement, ce qui indique que l'HE de cette essence a pu améliorer la durabilité des éprouvettes, contre les souches fongiques testées à l'exception de *P. placenta*.

L'HE de *D. edulis* présente une nette amélioration de la résistance des éprouvettes vis-à-vis de trois souches fongiques, avec des pertes de masses qui sont égalent à 9,0% sur *C. versicolor* ;

Partie 3 : Résultats et discussions

8,9% sur *P. sanguineus* et enfin 0,8% sur *C. puteana*. *P. placenta* est le seul champignon qui se montre agressif vis-à-vis des éprouvettes imprégnées d'HE.

Les pertes de masse des éprouvettes traitées avec les HE de *D. buettneri* et *A. klaineana* sont quant à elles supérieures à 16,0% contre trois pourritures de bois étudiées et ne sont que légèrement inférieures aux pertes de masse des éprouvettes témoins, ce qui montre clairement que les HE de *D. buettneri* et *A. klaineana* n'ont pas apporté d'amélioration de la résistance au matériau bois testé.



Figure 58: Exposition des éprouvettes traitées vis-à-vis de *T. versicolor*

Il ressort de la figure 58 que les éprouvettes traitées par l'HE de *D. edulis* soumis à *C. versicolor*, sont moins colonisées que les éprouvettes témoins qui se trouvent dans la même boîte. Les éprouvettes traitées présentes dans la boîte de Pétri non inoculée par le mycélium du champignon sont restées intactes. Ces dernières servent à évaluer l'influence du milieu sur des éprouvettes. Les HE ont donc légèrement apporté une résistance des éprouvettes vis-à-vis de *C. versicolor*.

On peut noter que la dégradation des éprouvettes témoins placées dans les mêmes boîtes de Pétri que les éprouvettes imprégnées d'HE est assez faible avec une perte de masse de 18,1% comparativement à celle qui a été observé pour tous les autres témoins (50,0%). Ce résultat traduit une possible diffusion de l'huile essentielle dans le milieu.

III.2.c. Traitement à base de résines purifiées

Tableau 31: Perte de masse des éprouvettes traitées par les RP, 12 semaines après exposition aux 4 champignons de pourriture

	Traitement à base de RP	Perte de masse (%)			
		<i>C. versicolor</i>	<i>P. sanguineus</i>	<i>C. puteana</i>	<i>P. placenta</i>
<i>A. klaineana</i>	RP(1%)/ EtOH(99%)	38,7±2,8	34,2±4,1	48,6±2,1	51,7±2,1
	Contrôle	40,6±0,8	35,4±4,6	55,1±1,0	51,8±1,8
	RP(5%)/ EtOH(95%)	34,6±1,5	15,5±1,3	44,2±4,1	46,4±0,3
	Contrôle	39,3±2,5	27,6±2,9	53,7±4,0	49,9±2,1
	RP(10%)/ EtOH(90%)	31,6±1,3	20,6±1,3	29,5±3,2	39,3±1,9
	Contrôle	38,6±2,1	34,0±1,7	47,9±3,2	48,9±1,5
	RP(20%)/ EtOH(80%)	16,6±3,5	8,9±0,7	19,6±4,0	26,0±1,6
	Contrôle	40,0±3,0	26,5±0,6	50,6±2,7	46,3±0,7
<i>C. schweinfurthii</i>	RP(1%)/ EtOH(99%)	30,4±1,4	32,9±1,9	47,4±1,0	47,7±3,2
	Contrôle	34,1±1,0	45,7±0,8	50,5±3,0	49,7±1,7
	RP(5%)/ EtOH(95%)	25,2±0,8	12,4±1,3	44,4±1,0	45,6±1,9
	Contrôle	34,5±0,3	36,9±0,4	47,4±2,6	48,9±3,9
	RP(10%)/ EtOH(90%)	20,4±0,5	9,2±0,5	40,2±3,1	40,9±0,9
	Contrôle	31,8±0,2	36,01±0,6	50,3±3,0	49,7±2,0
	RP(20%)/ EtOH(80%)	13,6±1,2	5,9±0,3	3,4±1,2	27,8±1,6
	Contrôle	40,7±2,9	33,8±1,6	49,4±2,3	40,9±1,2
<i>D. buettneri</i>	RP(1%)/ EtOH(99%)	30,7±2,8	33,3±4,2	45,7±4,9	52,5±1,1
	Contrôle	35,9±0,8	34,0±2,7	45,9±6,4	53,0±0,6
	RP(5%)/ EtOH(95%)	29,5±2,0	32,0±1,9	41,6±1,4	51,8±2,0
	Contrôle	36,3±0,2	34,2±2,9	43,2±0,8	53,3±3,8
	RP(10%)/ EtOH(90%)	25,3±0,6	25,4±1,2	39,1±4,6	49,2±2,0
	Contrôle	35,2±2,2	35,1±0,6	49,7±1,5	54,5±3,6
	RP(20%)/ EtOH(80%)	17,8±5,6	18,1±3,0	26,4±3,5	35,6±3,9
	Contrôle	37,0±1,2	36,5±1,4	49,1±2,1	48,3±3,1
<i>D. edulis</i>	RP(1%)/ EtOH(99%)	35,1±6,9	17,0±5,7	50,5±6,7	49,5±1,1
	Contrôle	36,9±6,0	19,5±4,0	51,7±2,1	50,2±4,8
	RP(5%)/ EtOH(95%)	33,8±4,6	13,7±3,1	48,4±7,6	59,1±4,6
	Contrôle	36,4±4,3	20,4±2,9	52,0±1,5	60,6±3,0
	RP(10%)/ EtOH(90%)	25,9±9,9	10,4±1,0	45,3±10,0	51,6±6,8
	Contrôle	36,5±4,2	23,7±2,1	48,4±6,6	60,9±1,3
	RP(20%)/ EtOH(80%)	9,9±1,9	6,6±1,7	7,8±6,0	29,7±6,5
	Contrôle	40,6±2,6	33,4±4,0	56,7±0,8	41,8±3,2
Contrôle de virulence		43,7±1,1	48,0±0,8	58,6±2,6	56,6±5,4

Partie 3 : Résultats et discussions

Le tableau 31, indique que les pertes de masse des éprouvettes traitées par les RP d'A. *klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis* contre les quatre souches fongiques étudiées sont supérieures à 10% pour les faibles concentrations de solutions (1%, 5% et 10%) et que celles-ci ne sont pas très inférieures aux pertes de masse des éprouvettes témoins, ce résultat montre que ces différentes concentrations n'ont rien apporté à la résistance du bois.

Pour les traitements impliquant des solutions à 20% en RP d'A. *klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis*, les pertes de masse des éprouvettes imprégnées contre *C. versicolor*, *P. sanguineus* et *C. puteana* sont inférieures à 16,6%, donc très inférieures aux pertes masse des éprouvettes témoins, ce résultat indique que la RP de chacune ces trois essences, augmente la durabilité du matériau. Deux valeurs intéressantes de perte de masse 3,4% et 5,9% sont obtenues contre *C. puteana* et *P. sanguineus* respectivement en utilisant la RP de *C. schweinfurthii* à 20%. *P. placenta* reste le champignon le plus virulent par rapport aux autres souches fongiques testées face aux éprouvettes imprégnées de RP des différentes essences.

Les pertes de masse des éprouvettes traitées par la RP de *D. buettneri* sont par contre supérieures à 17,8% vis-à-vis des quatre champignons et ces pertes de masse ne sont pas largement inférieures aux pertes de masse des éprouvettes témoins, ce résultat signifie clairement que cette résine n'a apporté aucune résistance aux éprouvettes de bois.

Parmi les RP des quatre essences, celle de *D. edulis* se montre plus efficace dans l'amélioration de la durabilité des éprouvettes de bois traitées face aux différentes souches fongiques testées.

III.2.d. Discussion

D'après [Lemmens \(2006\)](#), la solution d'imprégnation suit les voies naturelles de circulation de la sève existante dans le bois avant qu'elles ne soient obstruées, ce qui expliquerait la bonne imprégnation de nos différentes fractions dans nos éprouvettes de hêtre et de pin.

Les gains de masse pourraient dépendre de la nature de la résine dans la solution d'imprégnation, et de la nature du bois traité, en effet, l'aubier de pin sylvestre s'imprègne plus facilement par rapport au hêtre.

Partie 3 : Résultats et discussions

La composition chimique des différentes fractions faciliterait le lessivage. Celles qui sont riches en alcools terpéniques, et terpènes (composés volatils et solubles dans l'eau) seraient plus lessivables par rapport à celles qui en possèdent moins.

Les performances apportées sur la durabilité des éprouvettes seraient dues aux propriétés chimiques des différentes fractions riches en monoterpènes, en alcools terpéniques et en triterpènes.

Par ailleurs les RB semblent un peu plus efficaces que les RP, ce résultat serait dû à leur richesse en terpènes. Le mélange des molécules (synergie de toutes ces familles de molécules) apporte donc des effets plus intéressants.

L'inefficacité des RP et RB de *D. buettneri* serait probablement attribuée à leur profil chimique riche en urs-12-en-28-ol et β -amyrone, et très pauvre en composés triterpéniques tels que l' α et l' β -amyrines reconnus pour empêcher le développement des champignons ([Medzegue, 2007](#)).

Bien que cette concentration soit un peu trop élevée pour envisager sérieusement l'utilisation de ces fractions d'oléorésines comme traitements antifongiques, elle reste tout de même intéressante car, elle pourrait donner d'autres propriétés comme la stabilité dimensionnelle, etc.

Les résultats observés sur l'amélioration de la durabilité du bois des différentes fractions des résines des quatre essences sont très intéressants, mais si nous voulons optimiser les performances, tout en réduisant les concentrations des fractions utilisées dans le traitement, nous pouvons envisager leur utilisation en les combinant avec des biocides organiques, à faibles concentrations.

Selon [Ringman et al., 2014](#), l'exclusion de l'humidité causée par la réduction du volume des vides de la paroi cellulaire du bois est le paramètre le plus essentiel qui retarde l'apparition de la pourriture du bois. Ils expliquent que d'autres mécanismes, tels que la non-reconnaissance des enzymes, le blocage des micropores et la réduction du nombre des groupes OH, affectent probablement la vitesse de dégradation après le début de l'absorption d'eau. Ces théories pourraient nous permettre de comprendre le mode d'action de la résistance de la pourriture brune.

III.3. Résistance aux termites

III.3.a. Traitement par les RB

Tableau 32: Perte de masse des éprouvettes et taux de survie de termites après 4 semaines d'exposition

	Traitement à base de RB	Lessivage	PMter (%)	TS (%)	CV
	Sans EtOH	non	11,2±1,4	71,6±13,4	4
	Avec EtOH	non	14,0±2,3	76,3±8,9	4
<i>A.klaineana</i>	RB(1%)/ EtOH(99%)	non	10,9±0,2	68,7±11,0	4
		oui	12,9±1,3	82,0±6,0	4
	RB(5%)/ EtOH(95%)	non	2,5±0,1	6,7±8,3	2
		oui	8,5±0,9	68,7±2,3	4
	RB(10%)/ EtOH(90%)	non	2,3±0,4	0,7±1,1	1
		oui	4,9±1,2	54,0±19,3	3
	RB(20%)/ EtOH(80%)	non	0,9±0,4	0,0±0,0	1
		oui	1,7±0,4	0,0±0,0	1
<i>C.schweinfurthii</i>	RB(1%)/ EtOH(99%)	non	9,0±1,0	57,3±4,6	4
		oui	11,4±1,9	70,0±5,3	4
	RB(5%)/ EtOH(95%)	non	2,7±0,0	2,0±3,5	1
		oui	8,6±0,9	48,7±19,0	4
	RB(10%)/ EtOH(90%)	non	2,5±1,3	2,0±3,5	1 et 2
		oui	8,2±0,4	61,3±3,1	4
	RB(20%)/ EtOH(80%)	non	2,4±0,0	0,0±0,0	1
		oui	2,5±1,3	8,7±9,9	2
<i>D.buettneri</i>	RB(1%)/ EtOH(99%)	non	9,7±2,0	64,0±12,5	4
		oui	11,4±1,8	76,0±8,7	4
	RB(5%)/ EtOH(95%)	non	7,8±3,0	34,0±29,5	4
		oui	9,2±0,9	65,3±4,2	4
	RB(10%)/ EtOH(90%)	non	4,8±0,4	30,0±26,1	2 et 3
		oui	9,0±1,1	61,3±14,5	4
	RB(20%)/ EtOH(80%)	non	2,5±0,4	0,0±0,0	1
		oui	4,4±2,3	44,7±15,0	3
<i>D.edulis</i>	RB(1%)/ EtOH(99%)	non	8,7±2,5	57,3±10,5	4
		oui	12,5±1,3	83,3±4,6	4
	RB(5%)/ EtOH(95%)	non	2,8±0,8	2,0±3,5	1 et 2
		oui	6,2±4,3	44,0±10,0	3 et 4
	RB(10%)/ EtOH(90%)	non	2,1±0,1	0,0±0,0	1
		oui	2,6±1,0	2,0±2,0	2
	RB(20%)/ EtOH(80%)	non	1,0±0,2	0,0±0,0	1
		oui	1,7±0,3	0,7±1,1	1

PMter (%) = Perte de masse due aux termites ; TS (%) = Taux de survie. CV= Cotation visuelle : "0"= Aucune attaque ; "1"= Tentative d'attaque ; "2"= Attaque légère ; "3"= Attaque moyenne ; "4"= Attaque forte

Partie 3 : Résultats et discussions

Le tableau 32 nous indique que les éprouvettes témoins n'ont pas résisté à l'attaque des termites, avec les pertes de masse qui sont supérieures à 11,0% pour les éprouvettes témoins non traitées, et supérieures à 14,0% pour les éprouvettes témoins traitées à l'éthanol, sans oublier les taux de survie des termites qui varient de 71,6% à 76,3% et enfin une cotation visuelle de 4 pour toutes les éprouvettes témoins.

Avant lessivage, les éprouvettes de pin traitées avec des solutions d'imprégnation de 5% et plus de RB d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* montrent une forte amélioration de la résistance des éprouvettes face aux termites, avec des valeurs sensiblement égales, de pertes de masse très faibles ($PM_{ter} < 2,5\%$), de mortalité des termites presque totale ($TS < 6,7\%$) et de cotation visuelle qui varie entre 1 et 2.

La RB de *D. buettneri* ne se montre performante sur l'augmentation de la durabilité des éprouvettes qu'à une concentration de 20%, avec une perte de masse de 2,5%, un taux de survie de 0,0% et une cotation visuelle de 1.

Après lessivage, l'amélioration de la durabilité des éprouvettes vis-à-vis des termites des RB d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* diminue légèrement mais reste intéressante.

La RB d'*A. klaineana* et de *D. edulis* sont performantes sur l'amélioration de la résistance des éprouvettes dès la concentration de 10% avec des pertes de masse qui varient entre 4,9% et 2,6%, des taux de survie compris entre 54,0% et 2,0% et des cotations visuelles de 3 et de 2.

La RB de *C. schweinfurthii* se montre performante sur l'amélioration de la durabilité des blocs de bois à une concentration de 20%, avec une perte de masse de 2,5%, un taux de survie de 8,7% et une cotation visuelle de 2.

Avant comme après le lessivage, les RB d'*A. klaineana* et *D. edulis* sont légèrement plus performantes dans l'amélioration de la résistance des éprouvettes que la RB de *C. schweinfurthii*.

La RB de *D. buettneri*, perd beaucoup de son efficacité avec le lessivage.

III.3.b. Traitement par les HE

Tableau 33: Perte de masse des éprouvettes et taux de survie de termites après 4 semaines d'exposition

	Traitement à base d'HE	Lessivage	PMter (%)	TS (%)	CV
	Sans EtOH	non	11,2±1,4	71,6±13,4	4
	Avec EtOH	non	14,0±2,3	76,3±8,9	4
<i>A.klaineana</i>	HE(5%)/ EtOH(95%)	non	1,4±0,1	0,0±0,0	0
		oui	10,5±1,7	73,3±7,6	4
<i>C.schweinfurthii</i>	HE(5%)/ EtOH(95%)	non	1,5±0,3	0,0±0,0	0
		oui	7,7±5,4	58,0±11,0	4
<i>D.buettneri</i>	HE(5%)/ EtOH(95%)	non	2,2±0,2	0,0±0,0	1
		oui	9,9±4,3	69,3±6,4	4
<i>D.edulis</i>	HE(5%)/ EtOH(95%)	non	1,3±0,0	0,0±0,0	0
		oui	7,5±0,3	66,0±2,0	4

PMter (%) = Perte de masse due aux termites ; TS (%) = Taux de survie. CV= Cotation visuelle : "0"= Aucune attaque ; "1"= Tentative d'attaque ; "2"= Attaque légère ; "3"= Attaque moyenne ; "4"= Attaque forte

D'après le tableau 33, les blocs témoins sont dégradés conformément à nos attentes. En effet, les pertes de masse sont supérieures à 11,0% pour les éprouvettes témoins non traitées, et supérieures à 14% pour les éprouvettes témoins traitées à l'éthanol. Les termites survivent dans une proportion supérieure à 70% et la cotation visuelle est de 4 pour toutes les éprouvettes témoins.

Avant lessivage, les éprouvettes de pin traitées avec les HE d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis* montrent une très forte résistance aux termites, avec des pertes de masse très faibles (PMter<2,2%), une mortalité complète des termites (TS=0%) et une cotation visuelle qui varie entre 0 et 1, pour l'unique concentration de solution d'imprégnation.

Après lessivage, l'effet apporté par les HE des trois essences diminue totalement avec des pertes de masse supérieures à 7,7%, des taux de survie supérieurs à 58,0% et une cotation visuelle de 4.

Les HE d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* montrent des performances similaires sur les éprouvettes de bois testés, avec une efficacité légèrement supérieure à celle de *D. buettneri*.

III.3.c. Traitement par les RP

Tableau 34: Perte de masse des éprouvettes et taux de survie de termites après 4 semaines d'exposition

	Traitement à base de RP	Lessivage	PMter (%)	TS (%)	CV	
	Sans EtOH	non	11,2±1,4	71,6±13,4	4	
	Avec EtOH	non	14,0±2,3	76,3±8,9	4	
<i>A.klaineana</i>	RP(1%)/ EtOH(99%)	non	12,1±0,7	76,0±6,0	4	
		oui	13,0±1,4	68,7±10,1	4	
	RP(5%)/ EtOH(95%)	non	2,2±0,2	0,0±0,0	1 et 2	
		oui	10,0±1,2	66,0±8,7	4	
	RP(10%)/ EtOH(90%)	non	2,2±0,1	0,0±0,0	1	
		oui	5,4±4,0	42,7±18,7	3	
	RP(20%)/ EtOH(80%)	non	0,8±0,2	0,0±0,0	1	
		oui	1,6±0,3	0,0±0,0	1	
<i>C.schweinfurthii</i>	RP(1%)/ EtOH(99%)	non	8,2±3,8	52,7±21,3	4	
		oui	13,0±4,5	78,7±4,2	4	
	RP(5%)/ EtOH(95%)	non	3,0±0,3	18,7±4,6	2	
		oui	9,1±1,1	64,7±6,1	4	
	RP(10%)/ EtOH(90%)	non	2,7±2,7	2,7±3,4	1	
		oui	6,8±2,4	40,0±7,2	3 et 4	
	RP(20%)/ EtOH(80%)	non	1,7±0,1	0,0±1,1	1	
		oui	2,5±2,5	2,0±3,5	2	
	<i>D.buettneri</i>	RP(1%)/ EtOH(99%)	non	11,1±1,0	67,3±11,0	4
			oui	11,3±1,0	74,0±2,0	4
RP(5%)/ EtOH(95%)		non	7,4±3,5	32,0±24,8	3	
		oui	9,6±4,3	55,3±20,8	4	
RP(10%)/ EtOH(90%)		non	2,8±0,3	0,7±1,1	1	
		oui	4,1±4,2	35,3±31,0	3	
RP(20%)/ EtOH(80%)		non	2,2±0,3	0,6±2,0	1	
		oui	2,3±0,6	24,0±5,3	2	
<i>D.edulis</i>	RP(1%)/ EtOH(99%)	non	10,8±0,6	67,3±3,1	4	
		oui	10,8±1,8	78,0±6,0	4	
	RP(5%)/ EtOH(95%)	non	2,6±0,3	0,0±0,0	1	
		oui	8,7±0,5	54,7±7,0	4	
	RP(10%)/ EtOH(90%)	non	1,6±0,5	0,0±0,0	1	
		oui	2,4±0,3	2,0±2,0	1 et 2	
	RP(20%)/ EtOH(80%)	non	1,1±0,3	0,0±0,0	1	
		oui	2,4±0,3	0,0±0,0	1	

PMter (%) = Perte de masse due aux termites ; TS (%) = Taux de survie. CV= Cotation visuelle : "0"= Aucune attaque ; "1"= Tentative d'attaque ; "2"= Attaque légère ; "3"= Attaque moyenne ; "4"= Attaque forte

Partie 3 : Résultats et discussions

Le tableau 34, indique que les éprouvettes témoins n'ont pas résisté à l'attaque des termites conformément à nos attentes, avec les pertes de masse qui sont supérieures à 11,0% pour les éprouvettes témoins non traitées, et supérieures à 14,0% pour les éprouvettes témoins traitées à l'éthanol, sans oublier les taux de survie des termites qui varient de 71,6% à 76,3% et la cotation visuelle qui est de 4 pour toutes les éprouvettes témoins.

Avant lessivage, les pertes de masse des éprouvettes traitées par les RP d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* sont très faibles (PMter<3,0%), la mortalité des termites presque complète (TS<18,0%) et une cotation visuelle qui varie entre 1 et 2. Ceci indique que les RP de ces trois essences augmentent fortement la résistance des éprouvettes de bois testées face aux termites, pour des concentrations de solution d'imprégnation de 5% et plus.

Avec une perte de masse de 2,8%, un taux de survie de 0,7% et une cotation visuelle de 1. La RP de *D. buettneri* ne se montre performante dans l'amélioration de la résistance des éprouvettes vis-à-vis des termites qu'à partir d'une concentration de 10%.

Après lessivage, l'effet des 4 RP diminue légèrement, mais reste tout de même mesurable. En effet, à 20% de concentration on observe des pertes de masse inférieures à 2,5%, des taux de survie inférieurs à 24,0% et des cotations allant jusqu'à 2.

La RP d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* et *D. edulis* sont toutes efficaces sur les performances qu'elles donnent aux éprouvettes, aussi bien avant qu'après le lessivage.

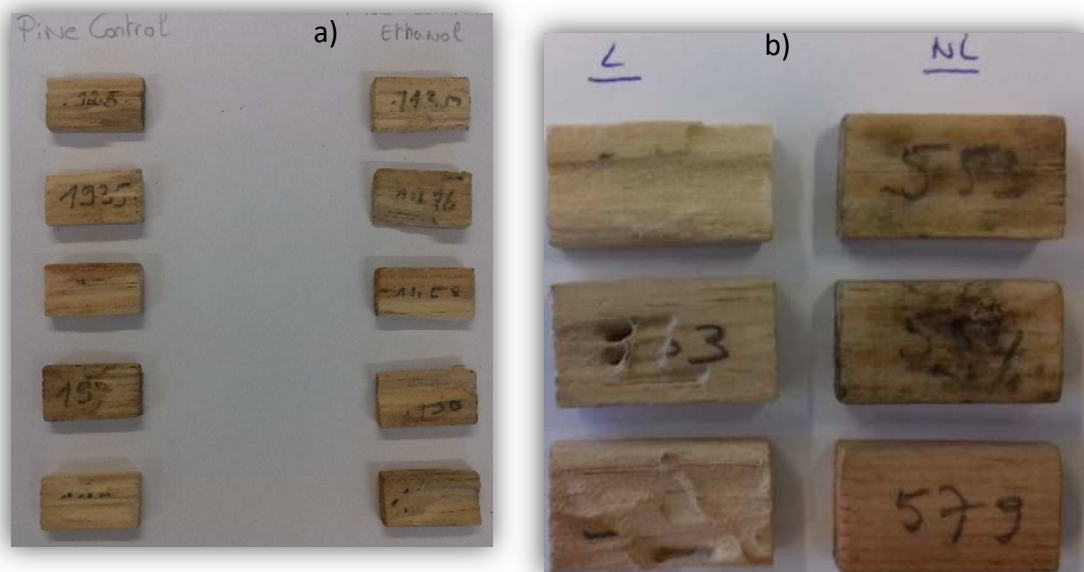


Figure 59: Visualisation des échantillons traités lessivés et non lessivés (b), puis les échantillons témoins (a) après exposition face aux termites

D'après la figure 59, les échantillons témoins après exposition aux termites sont très dégradés conformément à nos attentes (figure 59a). On peut également noter comment les échantillons traités lessivés sont plus dégradés par les termites que les échantillons traités non lessivés (figure 59b). Ce résultat traduit que les trois fractions imprégnées dans les échantillons de pin augmentent la résistance du bois face aux termites et que les performances de ces dernières diminuent avec le lessivage.

III.3.d. Discussion

Avant lessivage, les échantillons de pin traités avec les trois fractions des oléorésines des trois essences montrent des performances différentes. Par ailleurs, les solutions RB ont des performances moins intéressantes que celles à base d'HE et RP.

L'efficacité de ces fractions peut-être alors être attribuée à leurs compositions chimiques. En effet, les HE se montrent plus performantes dans l'amélioration de la durabilité du bois que les deux autres fractions. Elles sont constituées d'un mélange de monoterpènes et de monoterpénoïdes, qui sont reconnus pour des effets antitermites dans la littérature. Les RB et RP, montrent également des performances très intéressantes vis-à-vis de l'amélioration de la résistance du bois traité, certainement du au fait que leur composition chimique soit riche en mélange de monoterpènes, de monoterpénoïdes et de triterpènes. Les RB présentent une

Partie 3 : Résultats et discussions

légère amélioration de la résistance des éprouvettes traitées par rapport à RP, ce qui s'explique par le fait qu'elles contiennent plus de composés volatils et notamment des monoterpènes avec des groupements alcools..

L'urs-12-en-28-ol et l' β -amyrone, présents dans la RP et la RB de *D. buettneri*, pourraient avoir une grande influence dans les performances de ces composés sur la résistance face aux attaques de termites. La RP de *D. buettneri* n'a quasiment pas eu d'apport intéressant sur tous les tests effectués vis-à-vis des champignons de pourriture, mais il a eu un apport sur la résistance contre les termites. Il semblerait que ces molécules contenues dans la RP de *D. buettneri* n'aient aucun effet antifongique.

Après lessivage les améliorations de résistance des éprouvettes de bois traitées par les différentes fractions de résines diminuent légèrement. La solubilisation de certains monoterpènes présentant des groupements alcools dans l'eau pourrait expliquer la diminution de performance des trois fractions, associée à l'étape de séchage suivant le processus de lessivage qui pourrait agir comme une étape d'entraînement à la vapeur provoquant ainsi la perte des composés les plus volatils et ayant un impact particulièrement fort sur la concentration d'HE.

IV. Association des oléorésines de trois essences et du Tébuconazole dans la préservation du bois de pin et de hêtre

Nos différentes fractions se sont révélées être efficaces vis-à-vis des attaques de termites ; mais semblent être peu actives face aux champignons de pourriture, mis à part pour à de fortes concentrations (20%). Il a paru intéressant de les associer à un autre fongicide, ce qui permettrait de maximiser l'efficacité d'une formulation comportant de faibles doses de résine et de biocide pour obtenir une protection à large spectre. De plus, ce biocide pourrait éventuellement permettre d'améliorer la résistance au lessivage du traitement. La littérature, rapporte que les triazoles, dont le propiconazole ou le tébuconazole, présentent des propriétés fongicides. Par ailleurs, ils sont très sélectifs sur les basidiomycètes, résistants au lessivage et leur toxicité est relativement faible.

Un triazole performant et couramment utilisé est choisi pour la suite de ces essais. Le Tébuconazole est ainsi séparément associé aux trois fractions de chacune des oléorésines qui se sont déjà montrées assez efficaces lorsqu'elles sont imprégnées seules dans le bois, à savoir celles d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii* et *D. edulis*.

Pour des raisons de temps, deux champignons (*C. versicolor* et *C. puteana*) sont utilisés pour le test sur la résistance fongique.

IV.1. Comportements des formulations lors des phases d'imprégnation et de lessivage.

Les conditions des différents essais et les résultats des imprégnations et des lessivages des différentes formulations à base de Tébuconazole et d'oléorésines (respectivement les résines brutes, les huiles essentielles et les résines purifiées) sont présentés dans les tableaux suivants.

Tableau 35: Pourcentages de gain de masse et valeur des écarts types des échantillons d'aubier de pin et de hêtre imprégnés des formulations à base de RB d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. edulis* et de Tébuconazole

	Solution d'imprégnation	Essences de bois traitées	Gain de masse (%)		Taux de lessivage (%)
			Avant lessivage	Après lessivage	
Tébuconazole	T(0,001%)/EtOH(99,999%)	Pin	0,8 ± 0,1	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
		Hêtre	1,2 ± 1,2	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	T(0,01%)/EtOH(99,99%)	Pin	0,8 ± 0,3	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
		Hêtre	0,9 ± 0,1	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	T(0,1%)/EtOH(99,9%)	Pin	0,8 ± 0,5	0,0 ± 0,0	90,0 ± 22,4
		Hêtre	0,8 ± 0,1	0,1 ± 0,1	90,1 ± 13,7
<i>A. Klaineana</i>	RB(5%)/EtOH(95%)	Pin	5,4 ± 0,3	4,3 ± 0,2	20,9 ± 4,4
		Hêtre	3,2 ± 0,1	2,2 ± 0,1	31,8 ± 3,1
	RB(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Pin	5,0 ± 0,9	3,7 ± 1,0	30,3 ± 10,7
		Hêtre	3,1 ± 0,2	1,9 ± 0,3	37,6 ± 5,9
<i>C. schweinfurthii</i>	RB(5%)/EtOH(95%)	Pin	4,7 ± 1,2	3,1 ± 1,1	40,7 ± 14,9
		Hêtre	2,7 ± 0,1	1,5 ± 0,2	43,9 ± 3,7
	RB(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Pin	4,8 ± 0,7	3,2 ± 0,6	34,7 ± 3,7
		Hêtre	3,1 ± 0,1	1,8 ± 0,1	42,9 ± 3,4
<i>D. edulis</i>	RB(5%)/EtOH(95%)	Pin	3,4 ± 1,6	1,7 ± 1,5	60,3 ± 29,7
		Hêtre	2,6 ± 0,3	1,4 ± 0,7	50,4 ± 22,7
	RB(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Pin	4,7 ± 0,7	3,5 ± 0,8	27,7 ± 7,0
		Hêtre	2,6 ± 0,2	1,9 ± 0,3	26,1 ± 6,1

T=Tébuconazole ; EtOH=Ethanol ; RB=Résine brute

Le tableau ci-dessus montre que les formulations constituées uniquement de Tébuconazole imprégnées sur les éprouvettes ne semblent pas résister au lessivage, car les valeurs des gains de masse des éprouvettes de hêtre et de pin traitées sont très faibles (nulle ou très proche de 0) alors que les gains de masse avant le lessivage sont aux alentours de 1% quelle que soit la concentration utilisée.

Avant lessivage, les éprouvettes traitées par les formulations à base des RB d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* ont des gains de masse inférieures à 6%. Et les gains de masse des éprouvettes traitées par les formulations à base des RB avec le Tébuconazole sont, toutes

inférieures à 5,2%, ce résultat indique que l'apport du Tébuconazole augmente la rétention des différentes fractions sur les éprouvettes.

Après lessivage, les éprouvettes traitées par les différentes fractions ont des gains de masse très faibles (gains de masse inférieurs à 3,2%) et des taux de lessivage élevés (inférieurs à 50,5%). Les éprouvettes traitées par les formulations à base des RB des trois essences avec le Tébuconazole, les gains de masse obtenus sont inférieurs à 3,2% et des taux de lessivage inférieurs à 43%, alors ces formulations ne résistent pas au lessivage sur les éprouvettes du hêtre et d'aubier de pin de sylvestre. Toute fois les éprouvettes traitées par les formulations à base de *D. edulis* avec le Tébuconazole résistent mieux au lessivage que lorsque la RB est traitée toute seule, ce résultat est différent de celui des deux autres essences.

Tableau 36: Valeurs moyennes des pourcentages de gain de masse et des écarts types des échantillons d'aubier de pin et de hêtre imprégnés des formulations à base d'HE d'A. *klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. edulis* et de Tébuconazole

	Solution d'imprégnation	Essences de bois traitées	Gain de masse (%)		Taux de lessivage (%)
			Avant lessivage	Après lessivage	
A. Klaineana	HE(0,5%)/EtOH(95%)	Pin	0,1 ± 0,0	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
		Hêtre	0,3 ± 0,1	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	HE(0,5%)/T(0,01%)/EtOH(99,49%)	Pin	0,3 ± 0,2	0,0 ± 0,0	92,0 ± 12,8
		Hêtre	0,2 ± 0,1	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
C. schweinfurthii	HE(0,5%)/EtOH(95%)	Pin	0,3 ± 0,1	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
		Hêtre	0,2 ± 0,1	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	HE(0,5%)/T(0,01%)/EtOH(99,49%)	Pin	0,2 ± 0,1	0,0 ± 0,0	95,0 ± 8,0
		Hêtre	0,7 ± 0,1	0,0 ± 0,0	96,0 ± 6,4
D.edulis	HE(0,5%)/EtOH(95%)	Pin	0,5 ± 0,1	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
		Hêtre	0,4 ± 0,1	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	HE(0,5%)/T(0,01%)/EtOH(99,49%)	Pin	0,8 ± 0,6	0,1 ± 0,1	85,0 ± 14,9
		Hêtre	0,3 ± 0,1	0,0 ± 0,0	91,7 ± 11,8

T=Tébuconazole ; EtOH=Ethanol ; HE=Huile essentielle

Avant lessivage, les gains de masse des éprouvettes traitées par les formulations à base des HE d'A. *klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* sont inférieurs à 0,5%. Les gains de masse des éprouvettes traitées par les formulations à base des HE comportant du Tébuconazole sont inférieurs à 0,8%, ce résultat traduit que l'apport du Tébuconazole semble augmenter la rétention de l'HE sur les éprouvettes.

Partie 3 : Résultats et discussions

Après lessivage, les gains de masse obtenus des éprouvettes traitées par l'HE sont nuls et le lessivage total (taux de 100%). Les gains de masse obtenus sur les éprouvettes traitées par les formulations à base des HE des trois essences additionnées de Tébuconazole, sont également nuls et présentent des taux de lessivage très élevés (supérieurs à 85%). Ces formulations résistent donc mal au lessivage des éprouvettes du hêtre et d'aubier de pin de sylvestre et l'apport du Tébuconazole ne retient pas les HE fractions contre l'eau.

Tableau 37: Valeurs moyennes des pourcentages de gain de masse et des écarts types des échantillons d'aubier de pin et de hêtre imprégnés des formulations à base de RP d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. edulis* et de Tébuconazole

	Solution d'imprégnation	Essences de bois traitées	Gain de masse (%)		Taux de lessivage (%)
			Avant lessivage	Après lessivage	
A. Klaineana	RP(5%)/EtOH(95%)	Pin	5,1 ± 0,4	3,8 ± 0,3	26,3 ± 2,9
		Hêtre	3,0 ± 0,2	2,5 ± 0,1	28,6 ± 2,8
	RP(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Pin	4,9 ± 0,7	3,7 ± 0,7	24,6 ± 2,9
		Hêtre	2,8 ± 0,3	2,1 ± 0,2	24,7 ± 2,4
C. schweinfurthii	RP(5%)/EtOH(95%)	Pin	4,5 ± 1,2	2,7 ± 0,8	41,9 ± 12,8
		Hêtre	3,1 ± 0,2	1,9 ± 0,2	37,7 ± 4,5
	RP(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Pin	6,9 ± 2,9	5,7 ± 2,7	18,9 ± 3,7
		Hêtre	2,9 ± 0,1	2,1 ± 0,1	29,5 ± 3,5
D. edulis	RP(5%)/EtOH(95%)	Pin	4,6 ± 1,9	2,9 ± 1,9	45,2 ± 26,1
		Hêtre	3,2 ± 0,2	2,1 ± 0,3	34,3 ± 7,8
	RP(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Pin	5,7 ± 0,5	4,6 ± 0,6	20,1 ± 5,2
		Hêtre	2,9 ± 0,2	2,1 ± 0,1	26,9 ± 2,9

T=Tébuconazole ; EtOH=Ethanol ; PR= Résine purifiée

Avant lessivage, les gains de masse des éprouvettes traitées par les formulations à base des RP d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* sont inférieurs à 5,1%. Les gains de masse des éprouvettes traitées par les formulations à base des RP et le Tébuconazole sont inférieurs à 6,9%, ce résultat indique que l'apport du Tébuconazole augmente la rétention de la RP sur les éprouvettes d'aubier de pin sylvestre et de hêtre.

Après lessivage, les gains de masse des éprouvettes traitées à l'aide de la RP des trois essences uniquement sont très faibles (gains de masse inférieurs à 3,8%) et des forts taux de lessivage (supérieurs à 26,3%). Les gains de masse des éprouvettes traitées par les formulations à base du mélange des RP de trois essences avec le Tébuconazole, sont également très faibles (gains

de masse inférieurs à 5,7%) et des taux de lessivage élevés (entre 18,9% et 29,5%), alors que l'association du Tébuconazole et la RP des trois essences résistent au lessivage et augmente la rétention de la RP des essences, cependant elle perd sa faculté après le lessivage.

IV.1.a. Discussions

Les formulations à base de Tébuconazole additionné aux fractions (RB et RP) des trois essences imprégnées sur éprouvettes, permettent d'augmenter leur rétention dans le bois après lessivage par rapport à celle des formulations uniquement constituées de Tébuconazole. Les éprouvettes imprégnées par des formulations à base d'HE et de l'association entre Tébuconazole et l'HE des trois essences ne résistent pas au lessivage. Ce problème pourrait être dû à la nature hydrophile des composés qui les constituent. Si ces composés ont des groupes hydrophiles dans leur squelette carboné, alors ils sont solubles dans l'eau et peuvent donc disparaître pendant le processus du lessivage.

La rétention des différentes fractions dans les éprouvettes après le lessivage semble dépendre de la nature de la fraction de la résine dans la solution d'imprégnation. L'aubier de pin sylvestre est plus imprégnable que le bois de hêtre, sauf lorsque celles-ci sont imprégnées par les formulations associant d'huiles essentielles et du Tébuconazole et celles uniquement à base de Tébuconazole.

Les différences observées entre les éprouvettes d'aubier de pin traitées et de hêtre traitées sont probablement liées à leur anatomie qui est très différente. En effet, comme le pin est un arbre résineux, nos fractions sont sûrement facilitées par les canaux résinifères, le chemin emprunté lorsqu'elles sont sous forme d'exsudats, qu'elles ne le sont pour le hêtre qui n'en possède pas les canaux résinifères. [Tondi et al. \(2013\)](#) ont montré par analyse microscopique que la pénétration des solutions de résines tanniques dans le pin sylvestre se fait longitudinalement par les trachéides avec des fosses ouvertes bordées et transversalement dans le sens radial par les rayons du parenchyme, alors que le hêtre est presque exclusivement pénétré dans le sens longitudinal par des vaisseaux larges et facilement accessibles.

La concentration de Tébuconazole dans la formulation ne semble pas avoir d'impact sur le gain de masse des échantillons de bois traités, vue la faible quantité utilisée. Toutefois, on considère que le Tébuconazole se fixe sur le bois par absorption physique et que, par conséquent, seuls les phénomènes de transport comme la diffusion à l'intérieur du bois traité

et le transfert de la surface du bois à l'eau, influencent le lessivage du Tébucanazole (aucune réaction chimique n'est prise en compte) (Lupsea *et al.*, 2012). Ce qui explique que les éprouvettes de bois traitées au Tébucanazole ne sont pas résistants au lessivage.

IV.2. Durabilité des éprouvettes traitées par l'association des oléorésines et le Tébucanazole vis-à-vis de deux pourritures de bois

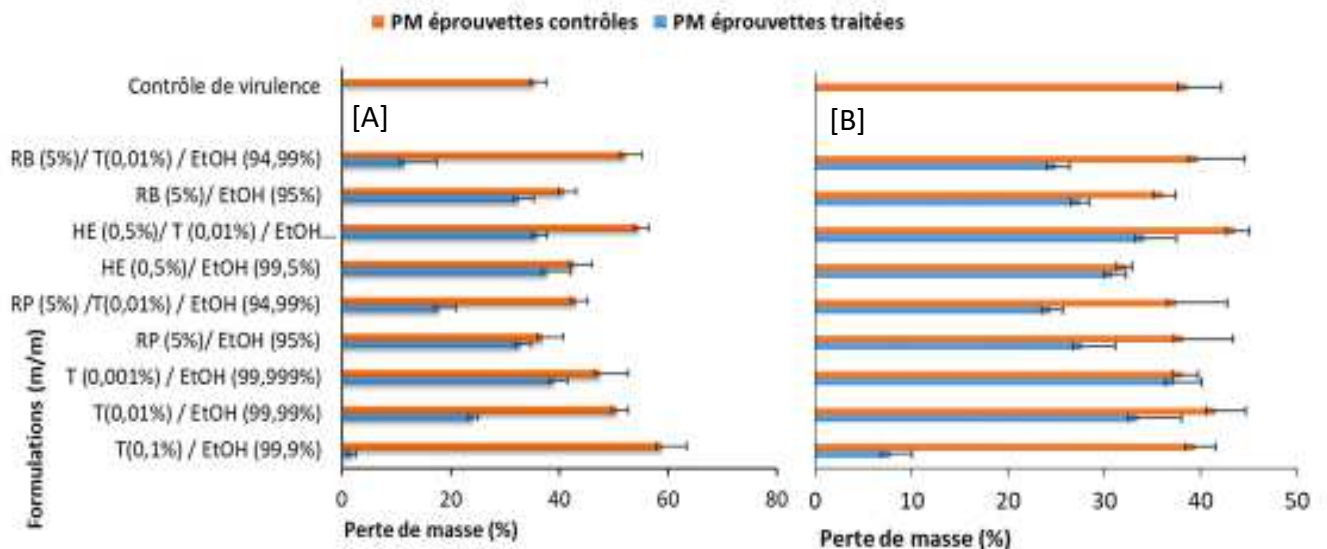


Figure 60: Perte de masse (%) des éprouvettes de bois de hêtre imprégnées avec les différentes fractions de résine *A. klaineana* associées au Tébucanazole, après 12 semaines d'exposition à *C. versicolor*, avant [A] et après lessivage [B].

L'objectif est d'utiliser une concentration de Tébucanazole pas trop efficace sur les champignons de pourriture, car, si elle l'est, on ne pourra pas voir les effets de l'association avec les différentes fractions d'oléorésines, et une concentration qui n'est pas non plus trop inefficace contre les agents de dégradation. Nous avons sélectionné un éventail de trois concentrations de Tébucanazole.

Les PM des éprouvettes traitées lessivées ou non sont comparées aux PM des éprouvettes témoins. On peut observer, de la figure 60 à la figure 65, qu'avant lessivage et après lessivage les PM des échantillons traités avec le Tébucanazole à 0,01%, exposées à *C. versicolor* et *C. puteana*, sont supérieures à 10%, et que ces valeurs sont largement inférieures aux valeurs des PM des éprouvettes témoins signifiant que le Tébucanazole à 0,01% n'apporte pas une résistance supplémentaire aux éprouvettes. Toutefois les éprouvettes traitées à une

Partie 3 : Résultats et discussions

concentration de Tébuconazole de 0,1% sont résistantes face aux champignons de pourritures.

Les PM des éprouvettes traitées par les formulations à base de RB, HE et RP d'*A. klaineana* avant le lessivage sont supérieures à 30% vis-à-vis de *C. versicolor*. Par contre celles des éprouvettes traitées par l'association avec le Tébuconazole ont des valeurs qui varient de 10% à 30%. Cependant, après le lessivage, les PM des blocs de bois imprégnés par les RB, HE et RP sont supérieures à 35%, alors que les PM des éprouvettes traitées par les formulations à base d'*A. klaineana* et le Tébuconazole sont inférieures à 25%, les valeurs de ces PM n'étant pas très différentes des PM des éprouvettes témoins, ce résultat montre que les formulations à base de RB, HE et RP associées au Tébuconazole, n'augmentent pas la résistance des éprouvettes face à *C. versicolor* aussi bien avant qu'après lessivage.

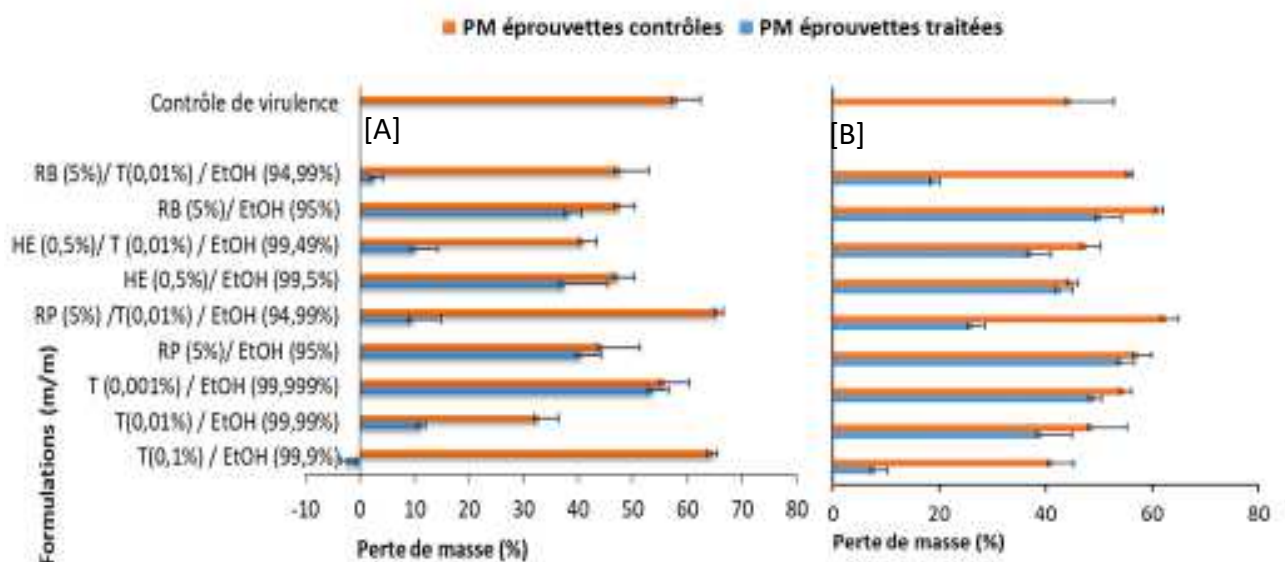


Figure 61: Perte de masse (%) des éprouvettes d'aubier pin sylvestre imprégnées avec les différentes fractions de résine d'*A. klaineana* associées au Tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à *C. puteana*, avant [A] et après lessivage [B].

La figure 61 montre que les PM des éprouvettes traitées par les fractions RB, HE et RP d'*A. klaineana* face à *C. puteana* avant lessivage sont supérieures à 30%, alors que les PM des éprouvettes imprégnées par les formulations à base des différentes fractions avec le Tébuconazole, sont comprises entre 6% et 10%. Après lessivage les PM des échantillons traités uniquement par RB, HE et RP sont supérieures à 40%, et ceux traités par les formulations de l'association des fractions avec le Tébuconazole sont comprises entre 20% et 25% et comme toutes ces PM ne sont pas différentes des PM des éprouvettes témoins, l'association des

Partie 3 : Résultats et discussions

fractions d'*A. klaineana* et le Tébuconazole confèrent aux éprouvettes testées une augmentation de la résistance vis-à-vis de *C. puteana*, avant lessivage, mais plus après lessivage.

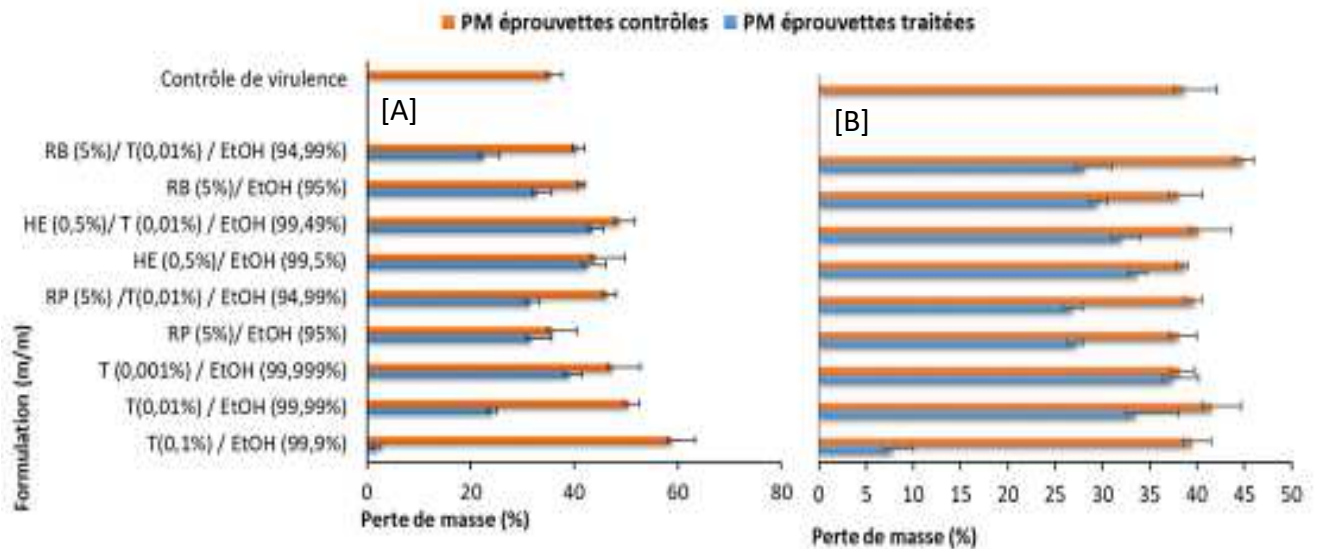


Figure 62: Perte de masse (%) des éprouvettes de hêtre imprégnées avec les différentes fractions de résine de *C. schweinfurthii* associées au Tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à *C. versicolor*, avant [A] et après lessivage [B].

La figure 62 montre qu'avant lessivage, les PM des éprouvettes traitées par les RB, HE et RP de *C. schweinfurthii* vis-à-vis de *C. versicolor*, sont bien supérieures à 30%. Les PM des éprouvettes traitées par le mélange des fractions avec le Tébuconazole sont sensiblement les mêmes donc supérieures à 35%. Cependant, après lessivage les PM des blocs de bois traités par les RB, HE et RB sont supérieures à 25%, puis celles des échantillons traités par les formulations à base de l'association des fractions de *C. schweinfurthii* et le Tébuconazole sont également supérieures à 25%. Les PM des éprouvettes traitées par l'association des fractions et le Tébuconazole ne sont pas très différentes des PM des éprouvettes témoins, ce qui montre que, ces formulations n'améliorent pas la résistance des éprouvettes testées face à *C. versicolor* aussi bien avant et qu'après lessivage.

Partie 3 : Résultats et discussions

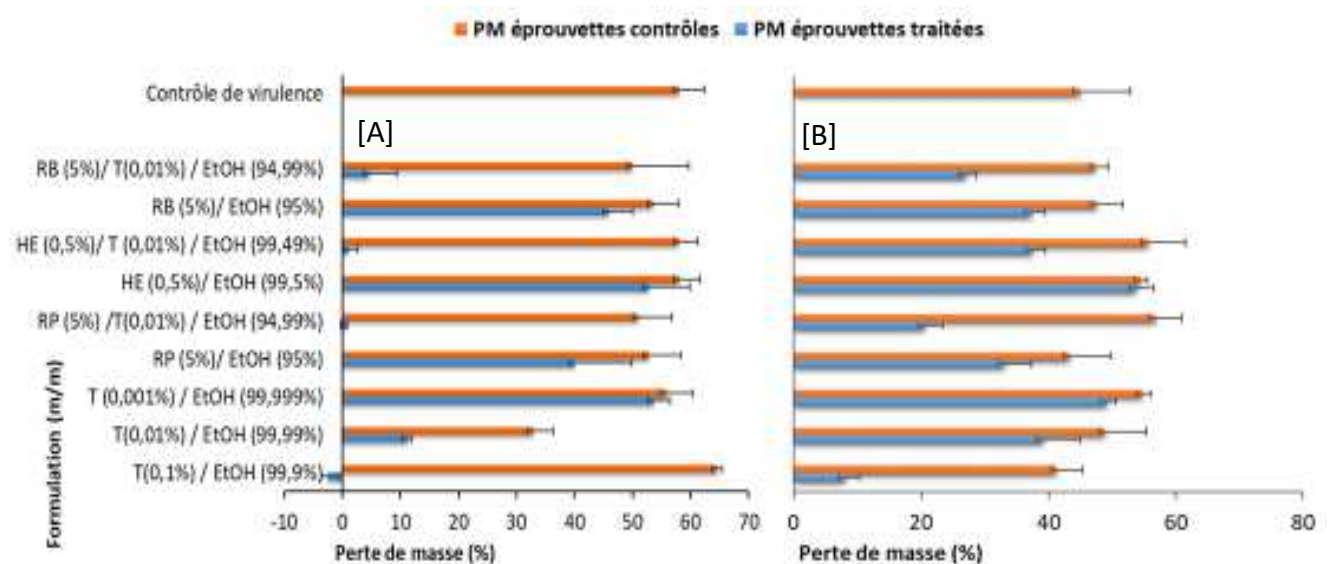


Figure 63: Perte de masse (%) des échantillons d'aubier pin sylvestre imprégnés avec les différentes fractions de résine de *C. schweinfurthii* associées au Tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à *C. puteana*, avant [A] et après lessivage [B].

Dans la figure 63, les PM des échantillons traités par les RB, HE et RP de *C. schweinfurthii* vis-à-vis de *C. puteana*, avant lessivage, sont supérieures à 40%, alors que les PM des échantillons traités par le mélange de différentes fractions avec le Tébuconazole, varient entre 2% et 5%. Après lessivage les PM des échantillons imprégnés par les RB, HE et RB sont supérieures à 30%, mais celles, des blocs de bois traités par le mélange des RB, HE et RB et le Tébuconazole varient de 20% à 30%. On peut remarquer que ces PM sont très différentes des PM des échantillons témoins, ce résultat indique que les formulations des trois fractions de *C. schweinfurthii* et du Tébuconazole améliorent la durabilité des échantillons face à *C. puteana*, avant lessivage, mais après lessivage ces formulations ne confèrent plus de résistance.

Partie 3 : Résultats et discussions

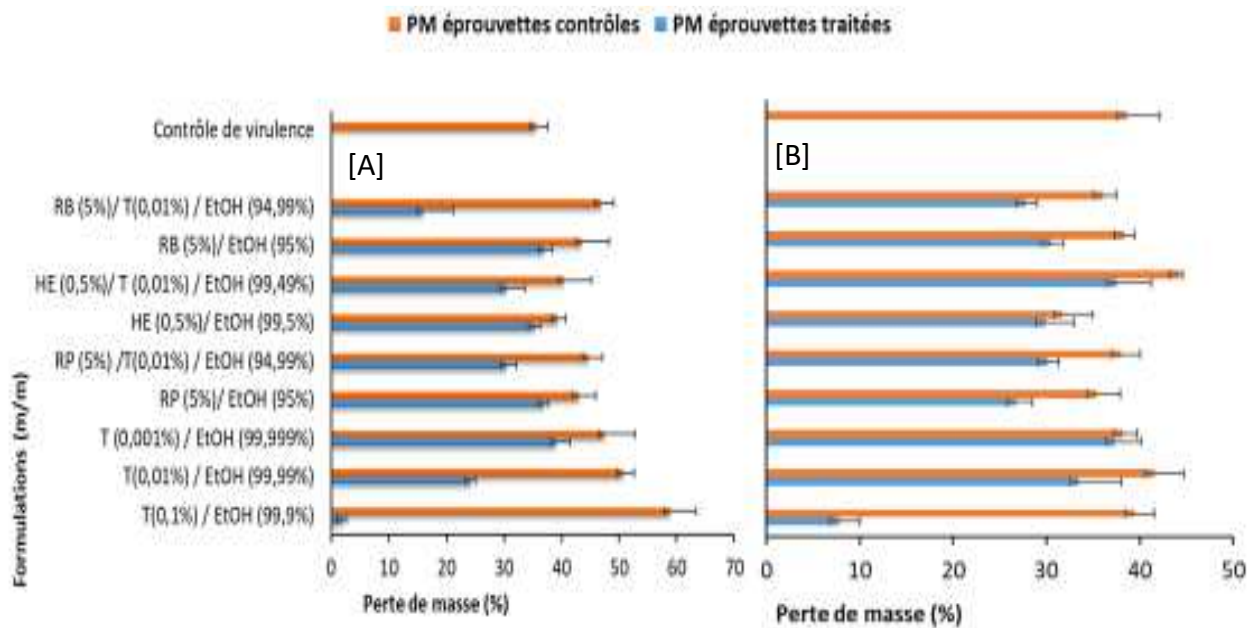


Figure 64: Perte de masse (%) des échantillons de hêtre imprégnés avec les différentes fractions de résine de *D. edulis* associées au Tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à *C. versicolor*, avant [A] et après lessivage [B].

Avant lessivage, les PM des échantillons traités par les RB, HE et RP de *D. edulis* sur *C. versicolor*, sont supérieures à 35%, on voit également que les PM des échantillons imprégnés par l'association des fractions avec le Tébuconazole varient de 15% à 30% (figure 64). Après lessivage les PM des blocs de bois imprégnés par les RB, HE et RP sont supérieures à 25%, par contre, celles des échantillons traités par le mélange de trois fractions de *D. edulis* et le Tébuconazole sont supérieures à 30%. Ces PM n'étant pas très différentes des PM des échantillons témoins, alors, les échantillons traités par ces formulations, n'améliorent pas leur durabilité face à *C. versicolor* aussi bien avant et après lessivage.

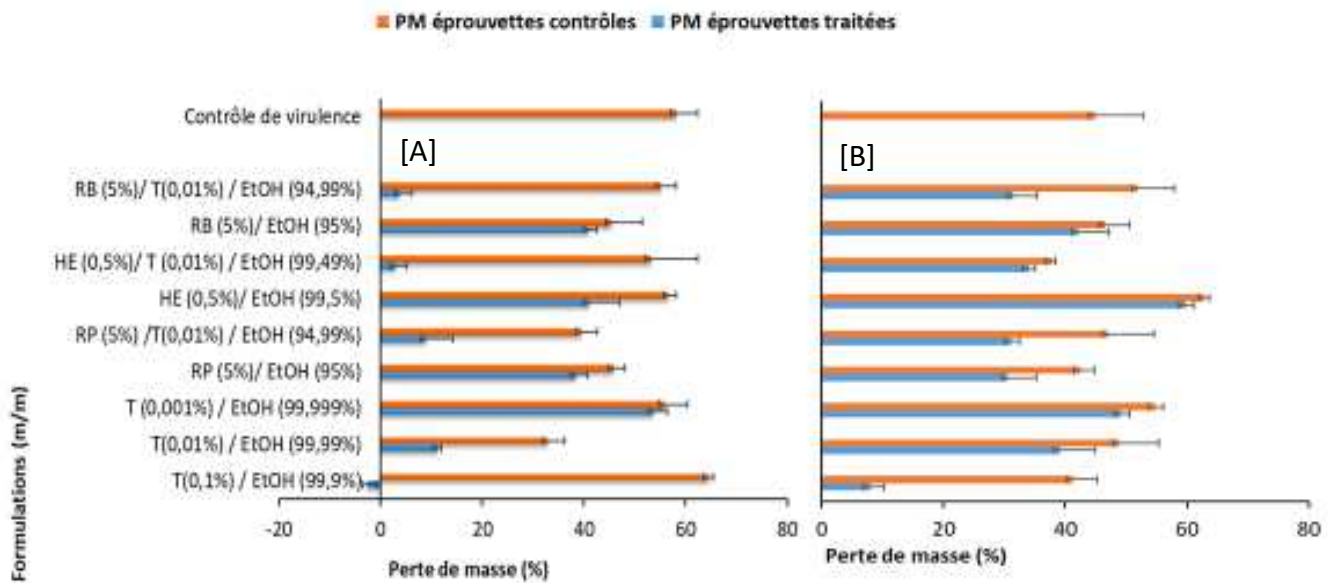


Figure 65: Perte de masse (%) des échantillons d'aubier pin sylvestre imprégnés avec les différentes fractions de résine de *D. edulis* associées au Tébuconazole, après 12 semaines d'exposition à *C. puteana*, avant [A] et après lessivage [B].

D'après cette figure 65, les PM des échantillons traités par les RB, HE et RP de *D. edulis* vis-à-vis de *C. puteana*, avant lessivage, sont bien supérieures à 40% contre *C. puteana*, alors que les PM des échantillons imprégnés par l'association des différentes fractions avec le Tébuconazole, sont comprises entre 5% et 15%. Après lessivage les PM des blocs de bois imprégnés par les RB, HE et RB sont supérieures à 40%, alors que celles des échantillons traités par le mélange des fractions avec le Tébuconazole sont inférieures à 35%. On observe également que toutes les valeurs des PM des échantillons traités sont largement inférieures à la valeur des PM des échantillons témoins, justifiant que les formulations à base des trois fractions de *D. edulis* et du Tébuconazole, augmentent la résistance des échantillons testés vis-à-vis de *C. puteana*, avant lessivage. Cependant, ces formulations perdent leur performance, en terme de durabilité fongique, après lessivage.

IV.2.a. Discussion

Le lessivage réduit considérablement les performances de nos formulations imprégnées dans les échantillons. Avec ou sans lessivage, les formulations à base des fractions de *C. schweinfurthii* et le Tébuconazole sont légèrement plus performantes que celles à base des fractions d'oléorésines de *D. edulis* et le Tébuconazole, qui sont, à leur tour plus performantes

Partie 3 : Résultats et discussions

que celles de l'association du Tébuconazole et les fractions d'*A. klaineana*, contre *C. puteana*. Ce résultat est contraire de celui obtenu face à *C. versicolor*.

Parmi les trois fractions, la RP se révèle être la fraction la plus insensible suite aux attaques des deux champignons dans toutes les formulations testées, comparativement à l'HE et à la RB. Les performances intéressantes de la RP par rapport aux deux autres pourraient être attribuées à leur teneur riche en triterpènes, et surtout à la synergie entre molécules, car selon [Medzegue, 2007](#), le mélange de l' α -amyrine et l' β -amyrine semblent opposer une résistance au développement des champignons, en particulier *C. versicolor*.

L'apport du Tébuconazole dans les différentes fractions, a largement amélioré l'efficacité de ces dernières dans l'augmentation des performances des éprouvettes. Ce résultat est normal, ce produit est reconnu comme un biocide antifongique.

Ces résultats nous indiquent qu'il y aurait un effet de synergie entre le Tébuconazole et les différentes fractions d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis*. L'ajout du Tébuconazole aux différentes fractions d'oléorésines, aurait un rôle d'inhibiteur de la déméthylation comme les triazoles, selon le mode d'action du triazole (prothioconazole) sur le champignon s'attaquant au blé (la septoriose) d'après la société [BASF](#). Il agit sur une enzyme (14 alpha-déméthylase) au niveau de la cellule du champignon, et empêche ainsi la synthèse de l'ergostérol, un des principaux constituants des membranes cellulaires des champignons, ce qui entraîne alors une augmentation de la perméabilité des membranes et le désagrègement des cellules provoquant finalement la mort prématurée de l'agent pathogène ([BASF France agro-21](#)).

Ces résultats sont conformes à ceux rapportés dans la littérature concernant l'association de quelques triazoles et des produits naturels ayants des propriétés antioxydantes ([Schultz et al., 2002, 2004 et 2011](#)) ainsi qu'à divers résultats préliminaires de laboratoires ([Mabicka et al., 2004, 2005](#) ; [Mounanga et al., 2008](#)).

IV.3. Résistance des éprouvettes traitées par des associations d'oléorésines et de Tébuconazole vis-à-vis des termites

Tableau 38: Perte de masse moyennes et valeur de l'écart-type des éprouvettes d'aubier de pin imprégnées de différentes formulations à base de RB d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. edulis* et de Tébuconazole, et soumises ou non à un processus de lessivage

Solutions d'imprégnation		Lessivage	PMter (%)	TS (%)	CV
Contrôles	Pas traité	Non	13,5 ± 1,2	87,0 ± 1,4	4
	EtOH	Non	13,8 ± 0,4	87,3 ± 30,1	4
Tébuconazole	T(0,1%)/EtOH(99,9%)	Oui	8,2 ± 4,3	56,7 ± 20,0	4
		Non	6,5 ± 2,2	43,3 ± 11,7	4
	T(0,01%)/EtOH(99,99%)	Oui	8,2 ± 3,0	62,7 ± 14,7	4
		Non	6,4 ± 4,8	49,3 ± 7,6	4
	T(0,001%)/EtOH(99,999%)	Oui	10,9 ± 1,6	68,0 ± 5,3	4
		Non	9,7 ± 1,0	54,4 ± 5,2	4
A. Klaineana	RB(5%)/EtOH(95%)	Oui	3,6 ± 2,3	19,3 ± 16,8	3
		Non	2,1 ± 0,1	0,0 ± 0,0	1
	RB(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Oui	8,6 ± 0,6	27,3 ± 4,6	4
		Non	1,6 ± 0,4	0,0 ± 0,0	1
C. schweinfurthii	RB(5%)/EtOH(95%)	Oui	12,7 ± 2,7	76,0 ± 8,7	4
		Non	2,2 ± 0,3	1,3 ± 2,3	1
	RB(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Oui	5,6 ± 5,4	22,0 ± 38,1	3
		Non	1,9 ± 0,2	0,7 ± 1,2	1
D. edulis	RB(5%)/EtOH(95%)	Oui	4,4 ± 2,1	17,3 ± 15,0	3
		Non	2,1 ± 0,4	4,7 ± 8,1	1
	RB(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Oui	4,1 ± 1,1	14,0 ± 13,1	3
		Non	1,9 ± 0,3	7,3 ± 6,4	2

PMter (%) = Perte de masse des éprouvettes ; TS (%) = Taux de survie ; CV= Cotation visuelle : 0= Aucune attaque ; 1= Tentative d'attaque 2= Attaque légère ; 3= Attaque moyenne, 4=Attaque forte ; EtOH = Ethanol ; T= Tébuconazole ; RB = Résine brute

Les tableaux de ce paragraphe, montrent que les différentes éprouvettes témoins sont bien dégradées conformément à nos attentes, et ne résistent donc pas aux attaques des termites. Des pertes de masse $PMter > 13,5\%$ sont enregistrées pour les éprouvettes témoins non traitées face aux termites, et des $PMter > 13,8\%$ pour les éprouvettes témoins traitées à l'éthanol vis-à-vis des termites. Puis des taux de survie de termites $TS > 87,3\%$ et des cotations visuelles de 4 sont enregistrées pour toutes les éprouvettes témoins.

Dans ces tableaux, on note également que les $PMter$ des éprouvettes imprégnées uniquement de Tébuconazole sont importantes. Pour ces éprouvettes, plus la concentration en

Partie 3 : Résultats et discussions

Tébuconazole est faible, plus les pertes de masse engendrées par les attaques de termites augmentent. Avant lessivage, on a des PMter qui varient de 6,5% à 9,7% pour des concentrations allant de 0,1%T à 0,001%T. Après lessivage, les PMter varient entre 8,2% et 10,9% pour les mêmes concentrations de Tébuconazole. Ce qui montre que le Tébuconazole n'améliore pas la durabilité des éprouvettes testées vis-à-vis des termites, car les concentrations testées sont faibles, mais aussi parce que Le Tebuconazol n'est pas reconnu comme étant un composé antitermite mais uniquement antifongique.

Avant lessivage, les pertes de masse des éprouvettes traitées par les RB d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis*, sont très faibles, avec des pertes de masse qui sont inférieures à 2,2%. On observe également une mortalité presque complète des termites (TS<4,7%) et une cotation visuelle de 1. Ce résultat traduit que les trois fractions des différentes essences apportent une forte amélioration de la résistance des éprouvettes face aux termites. Les pertes de masse des éprouvettes traitées par le mélange du tébuconazole et des RB des trois essences sont également très faibles (PMter<1,9%), une forte mortalité des termites (TS<7,3%) et une cotation visuelle de 1 (tableau 38) sont enregistrées, expliquant également que les formulations basées sur l'association du Tébuconazole et les RB des trois essences confèrent aux éprouvettes traitées une bonne résistance vis-à-vis des termites.

Après lessivage, les pertes de masse des éprouvettes traitées par les RB d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis*, sont supérieures à 3,6%. La mortalité des termites n'est pas trop importante (TS>17,3%) et une cotation visuelle de 4 est observée. Ce qui montre que les RB ne confèrent pas aux éprouvettes une résistance élevée vis-à-vis des attaques des termites. Les pertes de masse des éprouvettes traitées par l'association du Tébuconazole et des RB des trois essences, sont faibles (PMter>4,1%), une faible mortalité des termites (TS>14%) et une cotation visuelle de 3 sont enregistrées. Ce qui indiquerait que les formulations basées sur le mélange du tébuconazole et les RB des trois essences n'augmentent pas la résistance des éprouvettes traitées face aux termites.

L'association du Tébuconazole et de la RB de *C. schweinfurthii* est légèrement meilleure que celles des deux autres dans l'amélioration de la résistance face aux termites avant lessivage.

Tableau 39: Perte de masse moyennes et valeur de l'écart-type des éprouvettes d'aubier de pin imprégnées de différentes formulations à base d'HE d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. edulis* et de Tébuconazole, et soumises ou non à un processus de lessivage

Formulation à base de HE		Lessivage	PMter (%)	TS (%)	CV
A. Klaineana	HE(0,5%)/EtOH(95%)	Oui	9,4 ± 1,9	78,7 ± 6,1	4
		Non	8,8 ± 1,0	72,7 ± 2,3	4
	HE(0,5%)/T(0,01%)/EtOH(99,49%)	Oui	13,6 ± 2,1	82,7 ± 5,0	4
		Non	7,1 ± 4,7	43,3 ± 37,5	3
C. schweinfurthii	HE(0,5%)/EtOH(95%)	Oui	11,9 ± 2,1	82,0 ± 3,5	4
		Non	3,7 ± 1,6	30,0 ± 31,1	3
	HE(0,5%)/T(0,01%)/EtOH(99,49%)	Oui	13,2 ± 1,9	82,7 ± 3,1	4
		Non	1,9 ± 0,4	4,0 ± 6,9	2
D. edulis	HE(0,5%)/EtOH(95%)	Oui	7,9 ± 5,0	54,7 ± 47,3	4
		Non	6,0 ± 2,7	46,7 ± 20,1	4
	HE(0,5%)/T(0,01%)/EtOH(99,49%)	Oui	9,0 ± 1,3	68,7 ± 8,3	4
		Non	6,2 ± 4,0	42,0 ± 36,4	3

PMter (%) = Perte de masse des éprouvettes ; TS (%) = Taux de survie ; CV= Cotation visuelle : 0= Aucune attaque ; 1= Tentative d'attaque 2= Attaque légère ; 3= Attaque moyenne, 4=Attaque forte, EtOH = Ethanol ; T= Tébuconazole ; HE = Huile essentielle

Avant lessivage, les pertes de masse des éprouvettes traitées avec les HE (à une concentration de 0.5%) d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis*, sont élevées (PMter>3,8%), une mortalité non négligeable (TS>30%) et une cotation visuelle de 4 sont observées, ce qui montre que les HE des trois essences à cette concentration n'améliorent pas la résistance des éprouvettes face aux termites. Les pertes de masse des éprouvettes traitées par l'association du Tébuconazole et les HE des trois essences sont plus faibles comparativement aux pertes de masse des éprouvettes témoins (PMter<2% contre PMter>13,8%). On observe également un taux de mortalité des termites plus élevé (TS>42,0%) et une cotation visuelle qui varie entre 2 et 3 ; ce qui signifie que les formulations basées sur le mélange des HE des trois essences et le Tébuconazole, n'augmentent pas de manière considérable la durabilité des éprouvettes face aux termites.

Après lessivage, les pertes de masse des éprouvettes traitées par les HE d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* sont supérieures à 6% ; la mortalité des termites est très élevée (TS>54,7%) et la cotation visuelle des éprouvettes exposées aux termites varient de 3 à 4. Ces

Partie 3 : Résultats et discussions

résultats indiquent que les formulations à base de HE (0.5 %) n'améliorent pas la résistance du pin traité, après lessivage, contre les termites. Les pertes de masse des échantillons traités par l'association du tébuconazole et les HE des trois essences ne sont pas beaucoup plus faibles comparées à celles des éprouvettes témoins (PMter>9% contre PMter>13,8%) Une très forte mortalité des termites (TS>68,7%) et une cotation visuelle de 4 sont observées. Ces résultats, montrent que les formulations basées sur l'association du Tébuconazole et les HE (0.5%) des trois essences, n'augmentent pas la résistance des éprouvettes de pin traité face aux termites.

Les formulations à base du mélange de Tébuconazole et des HE d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* présentent les mêmes performances sur l'apport de l'amélioration de la durabilité avant lessivage.

Tableau 40: Perte de masse moyennes et valeur de l'écart-type des éprouvettes d'aubier de pin imprégnées de différentes formulations à base de RP d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. edulis* et de Tébuconazole, et soumises ou non à un processus de lessivage

	Formulation à base de RP	Lessivage	PMter (%)	TS (%)	CV
A. Klaineana	RP(5%)/EtOH(95%)	Oui	2,0 ± 0,2	0,0 ± 0,0	2
		Non	1,7 ± 0,7	0,0 ± 0,0	1
	RP(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Oui	5,0 ± 3,9	36,0 ± 31,7	3
		Non	2,0 ± 0,4	0,0 ± 0,0	1
C. schweinfurthii	RP(5%)/EtOH(95%)	Oui	12,0 ± 2,4	72,7 ± 3,1	4
		Non	1,9 ± 0,3	2,0 ± 2,0	2
	RP(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Oui	11,1 ± 1,2	76,0 ± 7,2	4
		Non	1,8 ± 0,1	0,7 ± 1,2	1
D. edulis	RP(5%)/EtOH(95%)	Oui	2,1 ± 0,3	2,7 ± 2,3	2
		Non	1,8 ± 1,0	1,3 ± 1,2	1
	RP(5%)/T(0,01%)/EtOH(94,99%)	Oui	5,2 ± 2,9	28,7 ± 24,8	4
		Non	1,5 ± 0,3	3,3 ± 2,3	2

PMter (%) = Perte de masse des éprouvettes ; TS (%) = Taux de survie ; CV= Cotation visuelle : 0= Aucune attaque ; 1= Tentative d'attaque 2= Attaque légère ; 3= Attaque moyenne, 4=Attaque forte ; EtOH = Ethanol ; T= Tébuconazole ; RP = Résine purifiée.

Le tableau 40 montre qu'avant lessivage, les pertes de masse des éprouvettes traitées par les RP d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* sont très faibles (PMter<1,9%). De plus, une mortalité presque complète des termites (TS<2%) et une cotation visuelle qui varie de 1 à 2

sont observées, indiquant ainsi que les RP des essences apportent une forte amélioration de la résistance des éprouvettes face aux termites. Les pertes de masse des éprouvettes traitées par les formulations à base du mélange de Tébuconazole et des RP des trois essences sont aussi très faibles comparativement aux pertes de masse des éprouvettes témoins ($PM_{ter} < 2\%$ contre $PM_{ter} > 13,8\%$). On remarque également une grande mortalité des termites ($TS < 3,3\%$) et une cotation visuelle qui varie aussi de 1 à 2. Ces résultats se traduisent par le fait que l'association de Tébuconazole et des RB des trois essences améliorent la durabilité des éprouvettes de pin traité face aux termites.

Après lessivage, les pertes de masse des éprouvettes traitées par les RP d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis*, sont supérieures à 5% ; la mortalité des termites est élevée ($TS > 28,7\%$) et une cotation visuelle qui varie entre 3 et 4, nous signifiant que ces RP n'augmentent pas la résistance des éprouvettes contre les termites. Les pertes de masse des blocs de bois traités par le mélange de Tébuconazole et des RP de nos essences ne sont pas très faibles comparativement aux pertes de masse des éprouvettes témoins ($PM_{ter} > 5\%$ contre $PM_{ter} > 13,8\%$), avec une forte mortalité des termites ($TS > 28,7\%$) et une cotation visuelle de 4. Ces résultats montrent que les formulations basées sur l'association de Tébuconazole et des RP des trois essences, n'augmentent pas les performances sur la résistance des éprouvettes vis-à-vis des termites.

Les formulations à base du mélange de Tébuconazole et des RP d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* et *D. edulis* présentent des performances similaires sur l'augmentation de la résistance des éprouvettes contre les termites.

IV.3.a. Discussion

A travers les résultats cités précédemment, il ressort que pour les formulations et les concentrations testées, les RP ont montré des performances légèrement supérieures à celles des deux autres fractions (HE et RB). Les profils chimiques des RP, plus riches en triterpènes que ceux des deux autres fractions de résines, peuvent expliquer une telle différence d'efficacité face aux attaques de termites.

Pour toute essence confondues, la RB, l'HE et la RP confèrent au bois une meilleure résistance vis-à-vis des termites, en raison de leur composition chimique riche en terpènes, en monoterpénoïdes et en triterpènes (Bédoungindzi *et al.*, 2020). Il est décrit aussi que l' α -

Partie 3 : Résultats et discussions

pinène, l' γ -terpinène comme plusieurs autres molécules présentes dans les différentes fractions comportent des propriétés antitermites (Siramón *et al.*, 2009 ; Pal *et al.*, 2011 ; Kadir *et al.*, 2014).

Après lessivage, les performances d'amélioration des différentes fractions RB et RP sur la durabilité des éprouvettes contre les termites sont légèrement diminuées, mais restent appréciables, à l'exception de celles du *C. schweinfurthii* qui sont plus affectées par le processus de lessivage.

Une étude antérieure a montré que la fraction HE (5%) de *D. edulis* améliorait considérablement la résistance des éprouvettes d'aubier de pin sylvestre face aux termites (Bédounguindzi *et al.*, 2020). Cependant, il résulte de ce travail que la concentration de l'HE (0,5%) testée n'est pas assez suffisante pour améliorer significativement la résistance des éprouvettes contre les termites avant le lessivage. De plus, la fraction HE est la plus volatile et la plus lessivable, donc la moins performante dans l'augmentation de la résistance des éprouvettes de bois contre les termites dans le temps, même si une utilisation locale, temporaire (pulvérisation, par exemple) pourrait être envisageable.

La solubilisation de certains alcools monoterpéniques dans l'eau expliquerait la diminution de performance de toutes les formulations, puis l'étape de séchage suivant le processus de lessivage agirait comme une étape de distillation à la vapeur, entraînant la perte des composés les plus volatils et affectant particulièrement la concentration en HE.

L'apport du Tébucanazole, dans les différentes essences a augmenté les performances de ces dernières dans la résistance contre les termites, avant le lessivage, car il faut le rappeler le Tébucanazole n'est pas un biocide avec des propriétés antitermites.

En résumé, les études biologiques révèlent que les RB, les HE et les RP d'*Aucoumea Klaineana*, *Canarium schweinfurthii* et *Dacryodes edulis*, augmentent les performances de résistance du bois soumis aux termites, et vis-à-vis des pourritures de bois également, mais à de forte concentrations uniquement. L'association de ces fractions avec le Tébucanazole confère au bois une meilleure résistance vis-à-vis des termites et *C. puteana*. Il y a donc une synergie entre nos fractions et le Tébucanazole. Cependant le caractère lessivable de ces formulations est clairement mis en évidence.

Conclusion générale

Conclusion générale et perspectives

Ce travail entre dans le cadre du développement de la formation continue dans la filière forêts-bois en Afrique Centrale, et de la valorisation des produits naturels issus des matières premières végétales et renouvelables, capables de se substituer aux produits chimiques provenant des ressources fossiles couramment utilisés dans la préservation du bois et dénoncés pour leurs effets néfastes sur l'homme et l'environnement.

Les résines ou exsudats des plantes, résultant du stress de ces dernières lorsqu'elles sont attaquées ou blessées et les huiles essentielles qui en découlent, sont connues depuis longtemps pour leurs vertus thérapeutiques et pour leur efficacité dans le domaine de la préservation et conservation des aliments. Elles méritaient d'être étudiées en vue de découvrir leurs propriétés biologiques contre les agents de dégradation du bois d'œuvre, notamment leur pouvoir protecteur du bois.

Dans notre travail, nous avons procédé à l'étude de la composition chimique des oléorésines d'*A. klaineana* ; *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* à l'aide de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse. Ces dernières sont étudiées sous trois formes (fractions) : Résine brute (RB) ; résine purifiée (RP) et les huiles essentielles (HE). Les résultats montrent une variabilité chimique quantitative et qualitative, très intéressante dans chacune des fractions des quatre essences. Les RB et RP des essences étudiées sont constituées triterpènes, qui représentent la majorité des composées, puis de monoterpènes et de monoterpénoïdes. Par contre les HE sont composées uniquement de monoterpènes et de monoterpénoïdes.

Suite à leur analyses chimique, nous avons étudié l'activité antifongique et antitermite de ces différentes fractions d'oléorésines face à l'exposition de quatre souches fongiques distinctes (pourritures blanches et pourritures brunes) selon la EN 113 décrite par [Bravery](#) et vis-à-vis des termites d'après la EN 117.

Les trois fractions de *A. klaineana*, *C. schweinfurthii* et *D. edulis*, ont exercé une forte activité antitermite dans leur totalité sur *R. flavipes*, et ont montré une faible activité antifongique contre *C. versicolor*, *P. sanguineus*, *C. puteana* et *P. placenta*. Les trois fractions de l'oléorésine de *D. buettneri* n'ont pas montré des activités antitermite et antifongique intéressantes.

Conclusion générale et perspectives

La forte activité antitermite et antifongique (uniquement à de grandes concentrations) observée serait due aux profils chimiques de ces fractions riches en monoterpènes, en monoterpénoïdes et en triterpènes.

L'évaluation de l'efficacité des différentes fractions des oléorésines d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii*, *D. buettneri* et *D. edulis* du Gabon sur la préservation des éprouvettes de bois de hêtre et d'aubier de pin sylvestre contre les champignons basidiomycètes lignivores et des termites, est également évoquée.

Les bois de hêtre et d'aubier de pin sylvestre traités par imprégnation sous vide avec des concentrations variables en RB, HE et RP d'*A. klaineana*, *C. schweinfurthii* et *D. edulis*, améliorent fortement leur résistance face à *R. flavipes* même à des faibles concentrations (5%). Les éprouvettes traitées augmentent fortement leur durabilité vis-à-vis de *C. versicolor*, *P. sanguineus* et *C. puteana* à partir de 20% de concentration. Les blocs de bois traités par les trois fractions de l'oléorésine de *D. buettneri*, n'augmentent pas leur résistance aussi bien sur les termites que sur les souches fongiques.

Le caractère lessivable des trois fractions surtout celles des HE est clairement mis en évidence dans ce travail. En effet, leurs compositions chimiques qui comportent quelques molécules hydrophiles les rendant soluble dans l'eau, et les différentes séances de séchage des éprouvettes avant et après lessivage, expliquerait ce résultat.

En définitive, nous avons essayé de fixer les oléorésines sur le bois suite au lessivage grâce à un biocide industriel « le Tébuconazole » et voir de possibles synergies. Les méthodes utilisées sont les mêmes que celles utilisées précédemment.

Les éprouvettes traitées par les formulations constituées du mélange des différentes fractions des résines de nos essences avec le Tébuconazole à faible dose, augmentent fortement leur résistance face à *R. flavipes* et *C. puteana* à de faibles concentrations allant de 0,5 à 5%. Donc il y a une forte synergie entre les fractions des résines de nos essences et le Tébuconazole, induisant la bonne efficacité de la formulation.

Dès que ces éprouvettes traitées sont lessivées, elles perdent toute efficacité d'amélioration de résistance face aux pourritures du bois. Elles gardent toutefois une faible résistance face à *R. flavipes*. Le Tébuconazole qui est un biocide industriel ne permet donc pas aux oléorésines de résister au lessivage.

Conclusion générale et perspectives

Ces résultats montrent que les oléorésines peuvent jouer un rôle important dans le domaine de la préservation du bois, permettant ainsi de prolonger la durée de vie des matériaux bois tout en limitant son impact environnemental, et ouvrent ainsi des perspectives d'application dans ce domaine. Ces résultats permettent également de donner une valeur ajoutée à ces essences résineuses dans le domaine de préservation du bois car elles ne sont exploitées que pour la transformation du bois, pour la production du placage et la fabrication du contreplaqué (*A. klaineana* et *D. buettneri*) ; *D. edulis* consommée pour ses fruits, les huiles servant à l'élaboration des cosmétiques ; *C. schweinfurthii* recherchée pour le bois d'œuvre et de menuiserie.

Le travail mené et les résultats qui en découlent, font émerger un certain nombre de perspectives pouvant faire suite à cette étude. Ainsi, nous envisageons :

- Une prolongation du temps d'immersion des blocs de bois dans les solutions d'imprégnations ;
- Une étude du mode d'action des résines sur les agents de dégradations ;
- Une étude physico-mécanique des blocs de bois après imprégnation des résines pour mieux comprendre le comportement des échantillons traités avant de les soumettre aux agents de dégradation du bois ;
- Une purification des amyriines et tester séparément leurs propriétés ;
- Une utilisation d'autres biocides ayant des propriétés différentes de celles qu'on a utilisé, permettrait d'élargir le champ de recherche ;
- Une extension des études sur d'autres essences résineuses gabonaises peu commercialisées,
- Utiliser les insectes capables de dégrader le bois au Gabon dans les différents tests

Enfin, nous recommandons une culture de ces essences pour un développement durable permettant d'exploiter industriellement leurs résines et d'éviter la disparition de ces espèces.

Annexe

Walter Fiacre Bédoungindzi, Kévin Candelier, Prosper Edou Engonga, Stéphane Dumarçay, Marie-France Thévenon and Philippe Gérardin*

Anti-termite and anti-fungal bio-sourced wood preservation ingredients from *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam resin

<https://doi.org/10.1515/hf-2019-0106>

Received April 12, 2019; accepted November 12, 2019; previously published online xx

Abstract: *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam resin was hydro-distilled to recover essential oil (EO), and further purified to produce a heavy fraction constituting less volatile compounds. Chemical composition was investigated by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), and indicated that different monoterpenes and triterpenes were present depending on the analyzed fraction. Bioassays were performed on the different fractions to evaluate their anti-fungal and anti-termite properties. Results indicated that crude resin, its heavy fraction and its EO all had proved termiticidal properties, which decrease on drying for EO and crude resin due to evaporation of monoterpenes. Conversely, no anti-fungal properties were observed for any fraction. *Dacryodes edulis* resin is therefore a new valuable bioactive ingredient for the formulation of wood protection products with anti-termite properties.

Keywords: *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam, essential oil, fungi, resin, termite, terpene

Introduction

Termites cause extensive damage to wood and cellulosic products in temperate and tropical climates (Verma et al.

2009). Once the wood has been colonized, these xylophagous insects remain well hidden inside the material and their presence is often detected only when the wood is already severely damaged. Damage to wooden structures and other cellulosic materials by termites around the world is thus estimated to have a cost of more than three billion US dollars per year (Su and Scheffrahn 1990). Synthetic preservatives such as creosote, lindane, dieldrin, pentachlorophenol or copper chrome arsenate (CCA) have been employed or are still used in several countries to protect wood and other lignocellulosic materials from termite attacks. However, most of these products have since been banned or restricted because of their toxicity for humans and the environment (Chang et al. 2001; Cheng et al. 2007). More recent and expensive treatments based on water-borne copper systems associated with organic fungicides and/or quaternary amines have been developed, and are used mainly in northern hemisphere countries (Schultz et al. 2007). Various solutions involving non-biocidal treatments are desirable, potentially comprising thermal treatments or wood chemical modifications (Gérardin 2016).

Another possibility could be the exploitation of extractives present in high natural durability wood species. Consequently, many studies have investigated alternative active ingredients derived from natural renewable materials (Onuorah 2000; Torres et al. 2003; Cespedes et al. 2005; Verma et al. 2009; Kadir et al. 2014). These studies focused on wood extractives, some of which have comparable properties to synthetic preservatives (Isman and Machial 2006). Some wood species are naturally resistant to termite attack due to their high content of extractive compounds which are part of their natural defense systems (Verma et al. 2009). These defense mechanisms are typically effected through the secretion of active chemicals (such as oils, resins or phenolic compounds), reducing the ability of termites to colonize wood and to efficiently digest the cellulose (Osipitan and Oseyemi 2012). Many studies have shown that high natural durability wood species can be valorized through extraction of the active components responsible for durability (Sogabe

*Corresponding author: Philippe Gérardin, Université de Lorraine, Inra, EA 4370 USC 1445 LERMAB, Faculté des Sciences et Technologies, BP 70239, 54506 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France, e-mail: philippe.gerardin@univ-lorraine.fr

Walter Fiacre Bédoungindzi and Stéphane Dumarçay: Université de Lorraine, Inra, EA 4370 USC 1445 LERMAB, Faculté des Sciences et Technologies, BP 70239, 54506 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France
Kévin Candelier and Marie-France Thévenon: CIRAD, UPR BioWooEB, F-34398 Montpellier, France; and BioWooEB, Univ. Montpellier, CIRAD, Montpellier, France

Prosper Edou Engonga: LAPLUS, Laboratoire Pluridisciplinaire des Sciences, Ecole Normale Supérieure de Libreville, BP 17009 Libreville, Gabon

et al. 2000; Arihara et al. 2004). Other studies reported that essential oils (EOs) from different plants possessed anti-termite and anti-fungal properties (Chang et al. 2001; Chang and Cheng 2002; Sakasegawa et al. 2003; Cheng et al. 2004; Park and Shin 2005). Verma et al. (2009) showed that EOs of different shrubs were often toxic to the Formosan subterranean termite *Coptotermes formosanus* Shiraki. Cheng et al. further demonstrated that EOs from wood and plants had very strong repellent and toxic activities against Formosan subterranean termites due to the presence of volatile compounds. Plant monoterpenes specifically have been proven to be highly active against *C. formosanus* termites (Cornelius et al. 1997). Other natural products such as flavonoids (Boue and Raina 2003), sesquiterpenes (Kinyanjui et al. 2000; Arihara et al. 2004) and thiophenes (Fokialakis et al. 2006) isolated from different wood species and plants have also been found to be effective against termites and fungi.

Dacryodes edulis (G. Don) H.J. Lam is an evergreen tree present in Gabon prized by the local population for its fruits. The wood is used for the manufacture of tool handles and in carpentry. When wounded, this tree produces resin containing a high proportion of compounds with antioxidant and antimicrobial properties (Obame et al. 2008; Koudou et al. 2009). No study has investigated either the termiticidal or fungicidal properties of *D. edulis* resins to date, despite the evidence that they could have a potentially wide range of applications.

The aim of the present work was to evaluate the properties of *D. edulis* resin as potential anti-fungal and anti-termite agents, in order to develop more acceptable wood protection systems based on the use of natural products sourced from renewable resources. For this purpose, EO was separated from resin using steam distillation with a Clevenger apparatus, and the resin was purified using different solvents. Each fraction was analyzed using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and then used in bioassays to evaluate their anti-termite and anti-fungal properties.

Materials and methods

Biological materials: The *D. edulis* (G. Don) H.J. Lam resin was collected at Cap Estérias, northeast of Libreville in Gabon in August 2017. Ten *D. edulis* tree trunks were bled at the 1.30-m level using a clean machete. Three days later, the collected resin was stored in a refrigerator at 4°C.

Different types of fungi were used, two fibrous rots [*Trametes versicolor* (TV) and *Pycnoporus sanguineus* (PS)] and two cubic rots [*Rhodonia placenta* (RP) and *Coniophora puteana* (CP)]. They were provided in Petri dishes by the CIRAD mycobank.

Reticulitermes flavipes (ex *santonensis* de Feytaud), from Oleron Island (France), were the termites tested in this study.

Mini blocks [25 × 15 × 5 mm³ L, R, T (Bravery 1979)] of Scots pine sapwood (*Pinus sylvestris* L.) and beech (*Fagus sylvatica* L.) were used throughout this study.

Chemical materials: Ethanol (absolute anhydrous grade) and acetone (analysis grade) were, respectively, provided by Carlo Erba (Val-de-Reuil, France) and Merck (Darmstadt, Germany). Malt extract and agar for microbiology were purchased from Sigma Life Science (St Quentin Fallavier, France).

Extraction and purification of the different resin fractions: A Clevenger type apparatus (Clevenger 1928) was used to extract EOs from resin by simple hydrodistillation as described by Bruneton (2009) for 4 h. The resin was directly immersed in distilled water in a double-necked flask equipped with Clevenger apparatus. As the resin was sticky, it could be placed in a beaker containing hot water to reduce its viscosity before being introduced to the flask. The condensate containing the EO was collected in the separating funnel, where the two phases immediately separated. The lower phase was collected by decantation, before separation of the upper phase corresponding to the EO. The oil was collected in an Erlenmeyer flask and residual water removed by drying with magnesium sulfate, before filtration over sintered glass.

The extraction efficiency was calculated using equation 1:

$$\text{EO yield (\%)} = [\text{mass of EO (g)} / \text{mass of RR (g)}] \times 100 \quad (1)$$

In parallel, the raw resins (RRs) were dissolved in ethanol, and then centrifuged to remove debris (sands, bark, etc.). Ethanol was then evaporated from the supernatant via the rotary evaporator to recover the purified resin (PR). The yield was calculated as follows.

$$\text{Yield (\%)} = 100 \times \text{mass of PR (g)} / \text{mass of RR (g)} \quad (2)$$

GC-MS analysis: The three fractions were analyzed on a Perkin Elmer Clarus 680 Gas Chromatograph (Villebon sur Yvette, France) with a fused silica DB-5MS [(dimethyl-/diphenyl-polysiloxane, 95:5) column (30 m, 0.25 mm, 0.25 μm)], coupled with a Perkin Elmer Clarus SQ8 Mass Spectrometer (Villebon sur Yvette, France) and monitored by the Turbo Mass v.6.1 software. Before being injected in the GC-MS analyzer, the different fraction samples were dissolved in 1 ml of ethyl acetate. This solution (1 μl) was injected at 250°C inlet temperature in the splitless mode. Helium was used as the carrier gas. The relationship between time and temperature is indicated in Table 1.

To improve the peak resolution for some samples, the heating schedule can be slightly modified, leading to different compound retention times. Helium flow of 1 ml min⁻¹ was used as mobile phase. After this separation step, compounds were transferred to the mass spectrometer by a transfer line heated at 250°C and the ionization achieved with the electron impact method (70 eV ionization energy). The compounds were then identified on the basis of comparison of their mass spectrum with those of compounds in the NIST Library through the NIST MS Search 2.0. Identification was considered as relevant for the match and reverse match coefficient values above 900.

Block impregnation

Impregnation: Three series of solutions containing RR, EO and purified resin (PR) with different concentrations were prepared

Table 1: Gas chromatography temperature program.

Rate (°C min ⁻¹)	Temp (°C)	Time (min)
–	80	2
10	190	0
15	280	10
10	300	14

in ethanol (m/m) for wood sample impregnation: 1%, 5%, 10% and 20% of RR or PR and 5% of EO. Wood samples were dried at 103°C and weighed (m_0). For each concentration, 27 dried wood samples were then vacuum treated at 5 mbar for 30 min before impregnation with the different treatment solutions. The samples were then kept immersed for 1 h at atmospheric pressure. After impregnation, the wood samples were dried at 103°C for 48 h and weighed (m_1).

Leaching procedure: Leaching was performed according to NF X 41-569 (2014). The samples were immersed in distilled water (one volume of wood for five volumes of water) and subjected to two series of three leaching periods of increasing duration under continuous shaking at 20°C. A total of 15 samples were used per leaching flask.

The two leaching series were separated by a wood block air-drying step and water was replaced by fresh water after each leaching period. The different stages of leaching are described in Table 2. After the whole leaching process, the samples were finally dried at 103°C and weighed (m_2).

Termiticidal properties

Screening of paper filter: Two concentrations of EO, RR and PR were used to evaluate the anti-termite properties of *D. edulis* resin. Each fraction was dissolved in acetone at 1:1 and 1:3 ratios (resin fraction/acetone, m/m). Subsequently, 70 µl of EO solution or 90 µl of resin solution (RR and PR) was impregnated on a 2.5-cm diameter Whatman filter (Grade 1) paper before exposure to termites. The papers impregnated with the different solutions were dried in two different conditions, at air [20°C, 65% relative humidity (RH), 2 h] and in an oven (103°C, 1 h) to highlight the effect of evaporation of volatile compounds. After drying, each impregnated paper was weighed before being placed in contact with the termites.

The tests were carried out in 9-cm Petri dishes filled with 15 g of wet Fontainebleau sand (one volume of water for four volumes of sand) placed at the periphery of the dish. The treated Whatman papers were placed on a plastic grid in the middle of the Petri dish (free of sand) and 20 termite workers were added to each test device. The Petri dishes were placed in the dark at 27°C at 75% RH. Three replicates were done per assay and concentration. Three controls were

Table 2: Leaching process.

	Period duration (h)		
First leaching series	1	2	4
Air drying			16
Last leaching series	8	16	48

also done with Whatman paper impregnated with 70 µl of water or acetone or without paper (diet controls) to determine the end of the test. These devices were regularly monitored throughout the test, in order to control the sand humidity, add water if needed, and to check the termite behavior and activity.

At the end of the test, the remaining living termites were counted, the filter paper was then cleaned and dried as previously described (air or oven) and their weight loss (WL) calculated as a percentage of the initial weight of the paper (air or oven-dried) according to the formula:

$$WL(\%) = 100 \times (m_0 - m_1) / m_0 \quad (3)$$

where m_0 is the initial air or oven-dried mass of filter paper with or without treatment and m_1 the air or oven-dried mass of filter paper with or without treatment after exposure to termites. JMP 11 program (SAS, Institute Inc., Cary, NC, USA) was used for regression analysis and analysis of variance (ANOVA).

Test on impregnated wood: Termite resistance was evaluated using a non-choice screening test. For each treatment, ethanol-treated and untreated controls, three replicates were tested for their resistance toward termites. Each sample was placed in a 9-cm diameter Petri dish containing 40 g of Fontainebleau sand (four volumes of sand for one volume of deionized water). The samples were placed on a plastic mesh in order to avoid water logging. One block was placed in each Petri dish. A total of 50 termite workers, one nymph and one soldier were introduced into each Petri dish. The Petri dishes were placed in the dark in a climatic chamber at 27°C, 75% RH. After 4 weeks, the samples were removed and cleaned of sand and the survival rate of the termites was calculated. The samples were given a visual rating according to the guidelines of EN117 with adjustment regarding the sample sizes. The visual rating of the termites attack was expressed as follows: 0 = no attack, 1 = attack attempt, 2 = slight attack, 3 = medium attack, 4 = severe attack. The samples were then dried at 103°C and weighed (m_3) and their WL calculated according to equation 4.

$$WL(\%) = 100 \times (m_{0 \text{ or } 1 \text{ or } 2} - m_3) / m_{0 \text{ or } 1 \text{ or } 2} \quad (4)$$

where m_0 is the initial anhydrous mass, m_1 the impregnated anhydrous mass and m_2 the impregnated leached anhydrous mass of the sample.

JMP 11 program (SAS, Institute Inc., Cary, NC, USA) was used for regression analysis and ANOVA.

Anti-fungal properties

Growth inhibition tests: Growth inhibition tests were performed according to the method of Chang et al. (1999) with a slight modification. The agar media were prepared in 500 ml Erlenmeyer flasks by adding 16 g of malt and 10 g of agar to 374 g of distilled water. Culture media were sterilized in an autoclave at 121°C for 25 min. Amounts of 200 mg, 400 mg or 600 mg of the different fractions of *D. edulis* resin solubilized in the minimum amount of ethanol (1 ml for EO, 2 ml for RR and PR) were mixed in each Erlenmeyer, under a laminar flow hood, with malt-agar media directly after sterilization. Thus, culture media containing 500 ppm, 1000 ppm and 1500 ppm of extractives were obtained, respectively. In addition, controls containing malt-agar alone or added with 1 ml of ethanol were prepared to evaluate fungal growth without resin fraction. After cooling, the content of

each Erlenmeyer flask was poured in 9-cm diameter Petri dishes in a sterilized atmosphere to obtain Petri dishes containing approximately 20 ml of culture medium. The media were left standing under the hood for jellification. After solidification, the culture media were inoculated in their centers with a piece of freshly grown mycelium of the different fungal strains and incubated at 22°C, 70% RH in a Binder KBF 115 climatic chamber. Growth was evaluated daily according to the formula (equation 5):

$$\text{Growth inhibition (\%)} = 100 \times [1 - (d_1 / d_0)] \quad (5)$$

where d_0 is the control culture diameter and d_1 the diameter of the culture in the presence of extracts. Growth inhibition was calculated when the control culture diameter reached 9 cm. All experiments were repeated 3 times.

Test on impregnated wood: Effect of the treatment on wood durability was evaluated using mini block (Bravery 1979) screening tests. Sterile culture medium was prepared from malt (40 g) and agar (20 g) in distilled water (1 l) and placed in a culture flask inoculated with a small piece of mycelium of a freshly grown pure culture and incubated for 2 weeks at 22°C and 70% RH to allow full colonization of the medium by the mycelium. Three blocks (two treated and one control) were placed in each Petri dish. Each experiment was replicated 3 times. Virulence controls were also performed on 12 specimens of untreated Scots pine and beech. Incubation was carried out for 12 weeks at 22°C, 70% RH in a climatic chamber. Once the fungal exposure was completed, the mycelium was removed from the blocks, the specimens were then dried at 103°C and their final weight recorded (m_2). The moisture content at the end of the test (data not shown) and mass losses were determined. WL was expressed as a percentage of the initial 103°C oven-dried weight of the sample according to the formula (equation 6):

$$\text{WL (\%)} = 100 \times (m_{0\text{or}1} - m_2) / m_{0\text{or}1} \quad (6)$$

where m_0 is the initial anhydrous mass of untreated wood samples, m_1 the anhydrous mass of treated wood samples and m_2 the anhydrous mass of treated wood samples after fungal exposure.

Results and discussion

Chemical analysis

The hydrodistillation of *D. edulis* resin gave a clear EO with a specific odor and a mean yield of 12.0%. Mean yield depended on the harvest site. Indeed, a yield of about 6.68% was obtained from samples from the Sibang Arboretum situated in the center of Libreville by Obame et al. (2007). The purification of RR gave a yield of 89.7%. Chemical composition of these three fractions of resins were analyzed by GC-MS. The names of identified compounds, their respective retention times as well as their relative abundances from the total ion current (TIC) chromatogram are given in Table 3.

Table 3: Chemical composition of *Dacryodes edulis* essential oil.

Retention time (min)	Compound	Abundance (%)	Match	Reverse match
4.23	β -Thujene	0.7	858	943
4.33	α -Pinene	49.6	939	939
4.52	Camphene	0.4	852	922
4.73	Sabinene	14.5	928	951
4.80	β -Pinene	5.7	931	939
5.08	α -Phellandrene	22.0	923	933
5.20	Terpinolene	0.9	859	901
5.28	<i>o</i> -Cymene	2.3	904	924
5.35	β -Phellandrene	3.1	849	900
5.65	γ -Terpinene	0.5	828	895
6.01	α -Terpinolene	0.1	659	847
7.35	Terpinen-4-ol	0.2	782	847

Twelve compounds were identified in the EO of *D. edulis* (representing 100% of the TIC. α -Pinene (49.6%), α -phellandrene (22.0%) and sabinene (14.5%) are the three major components comprising 86.1% of the EO composition. This richness in monoterpenes of *Burseraceae* exudates EO has been reported by several authors (Obame et al. 2008; Koudou et al. 2009). However, in terms of the number and relative abundance of compounds, our results differ from those of Obame et al. (2008), who found 24 components in the EO of *D. edulis* resin from Gabon with sabinene (21.8%), terpinen-4-ol (19.8%), α -pinene (17.5%) and *p*-cymene (11.3%) as the main components. Burkill (1994), conversely, showed that sabinene, β -phellandrene and limonene were the predominant compounds.

The difference in the number of compounds and the different compositions for the same species could be explained by several parameters. Indeed, the literature reports that the sampling period, the age of the tree or the geographical area may be at the origin of these variations (Franz and Novak 2010).

Chemical analysis of the RR and PR was performed using the same analytical method (Tables 4 and 5).

Eight compounds were identified in the PR of *D. edulis*. The amyirin isomer 2 (35.5%), α -amyirin (23.3%), terpinen-4-ol (17.5%), amyirin isomer 1 (14%) and β -amyirin (7.7%) were the five major components. Twelve compounds were identified in the RR of *D. edulis*, with amyirin isomer 2 (31%), amyirin isomer 1 (15.3%), β -terpinene (13.7%), α -amyirin (11.6%), terpinen-4-ol (17.5%), β -pinene (6.4%) and sabinene (6.4%) as major components. The chemical analysis of RR and PR is in agreement with that already described in other resin species belonging to the *Burseraceae* family (Susunaga et al. 2001; Cruz-Canizares et al. 2005; Siani et al. 2012; Rüdiger and Veiga-Junior 2013; Lucero-Gomez et al. 2014).

Table 4: Chemical composition of *Dacryodes edulis* crude resin.

Retention time (min)	Compound	Abundance (%)	Match	Reverse match
2.78	β -Terpinene	13.7	918	957
2.73	Sabinene	6.4	904	930
2.78	β -Pinene	6.4	906	919
2.95	α -Thujene	2.0	890	923
2.97	β -Phellandrene	1.6	873	903
3.13	Cymene	5.3	867	912
4.98	4-Terpineol	1.1	895	911
18.92	Amyrin isomer 1	15.3	894	908
19.05	β -Amyrin	4.3	798	861
19.24	Amyrin isomer 2	31.0	863	874
19.29	Lupeol	1.5	665	737
19.39	α -Amyrin	11.6	870	892

Table 5: Chemical composition of *Dacryodes edulis* purified resin.

Retention time (min)	Compound	Abundance (%)	Match	Reverse match
2.52	β -Pinene	0.4	594	889
3.1	Cymene	1.1	863	869
3.41	γ -Terpinene	0.5	853	875
4.95	4-Terpineol	17.5	913	920
18.95	Amyrin isomer 1	14.0	896	916
19.08	β -Amyrin	7.7	865	900
19.26	Amyrin isomer 2	35.5	848	864
19.42	α -Amyrin	23.3	884	895

Anti-termite properties

Screening tests on Whatman filter paper disks

The results of the anti-termite tests of *D. edulis* EO are presented in Table 6.

Control paper impregnated only with water or acetone had no effect on termite behavior, as shown by the recorded mass losses and the survival rate of termites at the end of the test. Basically, all the treatments involving RR have shown a protective effect of Whatman paper. The best results were obtained with the concentrated RR acetone solution (1:1 m/m) leading to a weak WL of 4.5% and a survival rate of 0. Diluting the solution increased these two indicators, although the effect of the drying temperature was not clear. This behavior may be associated with the volatilization of low-molecular-weight EO compounds upon drying at 103°C, but it did not explain the results obtained after room temperature drying. Regardless of the drying temperature, impregnated papers with the most concentrated EO acetone solution (1:1 m/m) showed a strong anti-termite effect, with all termites dying before the end of the test, and during which the Whatman paper was only slightly degraded by

Table 6: Anti-termite properties of the different fractions of *Dacryodes edulis* resin evaluated on paper disks.

Impregnation solution	Drying condition	WL (%)	Survival rate (%)
Without filter paper		45.2±7.1	73.3±7.6
Water	20°C, 2 h	39.4±5.6	70.0±5.0
	103°C, 1 h	38.8±4.9	93.3±2.9
Ac	20°C, 2 h	26.2±6.7	65.0±5.0
	103°C, 1 h	18.7±6.7	75.0±10.0
RR/Ac (1/1, m/m)	20°C, 2 h	4.5±0.8	0.0±0.0
RR/Ac (1/1, m/m)	103°C, 1 h	8.2±1.0	8.3±5.8
RR/Ac (1/3, m/m)	20°C, 2 h	14.3±1.0	26.7±5.8
RR/Ac (1/3, m/m)	103°C, 1 h	11.1±0.7	16.7±2.9
EO/Ac (1/1, m/m)	20°C, 2 h	0.0±0.0	0.0±0.0
EO/Ac (1/3, m/m)	20°C, 2 h	4.7±2.2	0.0±0.0
PR/Ac (1/1, m/m)	20°C, 2 h	2.8±0.1	0.0±0.0
PR/Ac (1/1, m/m)	103°C, 1 h	6.0±0.9	0.0±0.0
PR/Ac (1/3, m/m)	20°C, 2 h	4.5±0.5	6.7±11.6
PR/Ac (1/3, m/m)	103°C, 1 h	7.4±1.0	0.0±0.0

Ac, acetone; RR, raw resin; EO, essential oil; PR, purified resin.

termites. The use of the less concentrated EO acetone solution (1:3 m/m) could not prevent the paper disc from a slight degradation. PR solutions also had strong anti-termite properties, better than RRs, and as PRs contained mainly high-molecular-weight compounds, drying at 103°C only induced a slight decrease of anti-termite properties. The three fractions (EO, RR and PR) showed interesting termiticide activities, which can be explained by their chemical composition. Indeed, α -pinene (49.6%), α -phellandrene (22%) and sabinene (14.5%), present in significant quantities in EO, have been shown to present insecticidal properties by many authors. Tedonkeng et al. (2004) showed that the EOs of *Eucalyptus saligna*, containing α -pinene (29.5%) and bicyclogermacrene (12.5%) are toxic to ticks (*Rhipicephalus lunulatus*). Another study carried out on *Myristica fragrans* oil showed that myrcene, β -pinene, sabinene, α -pinene, α -thujene and limonene caused termite mortality at a dose of 1 mg g⁻¹ (Pal et al. 2011). *Madhucautilis* heartwood extracts showed activity against *Coptotermes gestroi* attributed to the presence of γ -terpinene, terpinen-4-ol, eicosane and p-cymene (Kadir et al. 2014). γ -Terpinene and p-cymene have been identified to be responsible for the anti-termite properties of *Eucalyptus camaldulensis* against *C. formosanus* (Sramon et al. 2009).

Test on impregnated wood

Effect of the treatments on termite is reported in Table 7.

Table 7: Termite durability of pine samples impregnated with the different fractions of *Dacryodes edulis*.

Impregnation solution	Leaching	WL (%) ^a	Survival rate (%)	Visual rating ^b
None	No	11.3±1.4	71.6±13.5	4
EtOH	No	14.0±2.3	76.3±8.9	4
RR (1%)/EtOH (99%)	Yes	12.5±1.3	83.3±4.6	4
RR (1%)/EtOH (99%)	No	8.7±2.5	57.3±10.3	4
RR (5%)/EtOH (95%)	Yes	6.2±4.3	44.0±10.0	3 and 4
RR (5%)/EtOH (95%)	No	2.8±0.8	2.0±3.5	1 and 2
RR (10%)/EtOH (90%)	Yes	2.6±1.0	2.0±2.0	2
RR (10%)/EtOH (90%)	No	2.1±0.1	0.0±0.0	1
RR (20%)/EtOH (80%)	Yes	1.7±0.3	0.7±1.1	1
RR (20%)/EtOH (80%)	No	1.0±0.2	0.0±0.0	1
EO (5%)/EtOH (95%)	Yes	7.5±0.3	66.0±2.0	4
EO (5%)/EtOH (95%)	No	1.3±0.0	0.0±0.0	0
PR (1%)/EtOH (99%)	Yes	10.8±1.8	78.0±6.0	4
PR (1%)/EtOH (99%)	No	10.8±0.6	67.3±3.1	4
PR (5%)/EtOH (95%)	Yes	8.7±0.5	54.7±7.0	4
PR (5%)/EtOH (95%)	No	2.6±0.3	0.0±0.0	1
PR (10%)/EtOH (90%)	Yes	2.4±0.3	2.0±2.0	1 and 2
PR (10%)/EtOH (90%)	No	1.6±0.5	0.0±0.0	1
PR (20%)/EtOH (80%)	Yes	2.4±0.3	0.0±0.0	1
PR (20%)/EtOH (80%)	No	1.1±0.3	0.0±0.0	1

^aAverage values of replicates per treatment. ^b0, no attack; 1, attack attempt; 2, slight attack; 3, medium attack; 4, severe attack. EtOH, ethanol; RR, raw resin; EO, essential oil; PR, purified resin.

The results obtained with the impregnated test pieces confirmed the previous ones. The control specimens were degraded up to 11% (untreated control) and 14% (ethanol control) with a high termite survival rate of greater than 70%. Before leaching, the pine samples treated with the three resin fractions showed different performances, with a very low WL and an almost complete termite mortality, for impregnating solution concentrations of 5% and above. The RR solutions gave less effective performance as predicted. After leaching, the

preservative effects of the different resin fractions were slightly decreased but remained noticeable, with activities of EO-containing resin fractions generally more affected by the leaching process. The solubilization of some monoterpene alcohols in water could explain the decrease in performance of all formulations, where the drying step following the leaching process could act as a steam distillation stage, leading to the loss of the most volatile compounds and particularly impacting the EO concentration.

Table 8: Percentage of growth inhibition by the different fractions of *Dacryodes edulis*.

Fractions	Concentration, ppm	PS ^a	RP ^b	TV ^c	CP ^d
RR	500	32.8±0.7	24.1±4.9	13.3±3.0	52.4±5.3
	1000	42.2±1.5	28.3±4.1	59.8±4.6	69.3±7.6
	1500	50.0±3.7	43.7±1.9	69.8±3.5	80.4±3.5
EO	500	44.6±3.1	62.6±2.8	35.0±4.8	54.1±1.0
	1000	75.2±5.7	90.0±1.5	67.4±6.5	76.1±4.8
	1500	100.0±0.0	100.0±0.0	99.1±1.2	100.0±0.0
PR	500	13.9±1.1	15.9±1.2	30.3±3.9	12.0±0.2
	1000	17.8±1.5	19.8±1.4	30.0±5.9	17.8±1.5
	1500	37.2±14.8	23.9±2.6	35.9±5.7	21.8±1.2

^aPS, *Pycnoporus sanguineus*; ^bRP, *Rhodonina placenta*; ^cTV, *Trametes versicolor*; ^dCP, *Coniophora puteana*; RR, raw resin; EO, essential oil; PR, purified resin.

Anti-fungal properties

For this study, the fungi were chosen for the high damage they are known to cause on wood, their economic impact and their high pathogenicity. They represented the two major types of wood rots. In addition, these were the most used fungi in standard durability tests.

Growth inhibition tests

Growth inhibition of the different fractions of *D. edulis* resin is shown in Table 8.

Except for the EO fraction, which had an inhibitory effect at 1500 ppm for all tested fungi, PR and RR fractions had no effect on the development of any fungus. At lower concentrations of 1000 or 500 ppm, EO slowed down the development of mycelium, but was not able to entirely inhibit fungal growth. The efficiency of 1500 ppm EO could be attributed to its richness in monoterpenes such as α -pinene (49.6%), α -phellandrene (22.0%), sabinene (14.5%) and terpinen-4-ol which are described by Carson and Riley (1995) and Inouye et al. (2001) as possessing antibacterial and anti-fungal activities. The inefficiency of the other two fractions could also be linked to their triterpene-rich chemical profiles, known for their anti-inflammatory properties (Geetha and Varalakshmi 2001; Susunaga et al. 2001) but not for any fungicidal or fungistatic capability.

Test on impregnated wood

Mass losses of beech blocks treated with the different fractions of *D. edulis* resin are presented in Table 9.

It can be observed that the WLs of the specimens treated with the four fungi were greater than 10% with the three lowest concentration solutions (1%, 5% and 10%) of RR and PR, and that these were never below the half the value of the control WL samples, showing clearly that these concentrations did not bring any wood resistance improvement. For treatments involving 20% RR, 5% EO and 20% PR solutions, the impregnated blocks WL on treatment with *PS*, *TV* and *CP* were less than 9%, indicating that these three were slightly able to increase the material durability. Notably two good WL values of 1.7 and 0.8% were obtained against *CP* by using 20% RR and 5% EO impregnating solutions, respectively. *RP* has been revealed as the most insensitive fungus to the tested formulations.

These results were consistent with the growth inhibition test observations. Indeed, most experiments

Table 9: Percentage of weight loss of wood samples impregnated with the different fractions of *Dacryodes edulis* resin after 12 weeks of exposure to fungi.

Treatment	PS ^a		RP ^b		TV ^c		CP ^d	
	Treated ^e	Control ^e	Treated ^f	Control ^f	Treated ^g	Control ^g	Treated ^h	Control ^h
RR (1%)/EtOH (99%)	17.8±3.6	19.4±2.4	52.5±4.9	54.9±4.2	31.0±6.1	34.8±2.1	53.4±0.8	54.3±7.3
RR (5%)/EtOH (95%)	13.5±3.7	20.2±0.8	40.0±3.8	52.6±3.2	29.6±9.8	36.2±3.8	50.5±8.9	51.5±5.5
RR (10%)/EtOH (90%)	12.4±1.5	23.9±0.2	30.9±4.8	56.7±5.1	27.9±5.7	35.2±6.0	49.5±0.7	55.0±5.2
RR (20%)/EtOH (80%)	7.9±1.1	33.4±4.0	28.2±3.1	46.5±8.5	8.0±3.16	34.3±1.1	1.7±0.8	49.1±4.2
EO (5%)/EtOH (95%)	8.9±2.4	29.3±12.5	34.7±2.5	41.9±4.1	9.0±1.6	35.6±6.6	0.8±0.8	18.1±2.0
PR (1%)/EtOH (99%)	17.0±5.7	19.5±4.0	49.5±6.4	50.2±4.8	35.1±6.9	36.8±6.0	50.5±6.7	51.7±2.1
PR (5%)/EtOH (95%)	13.7±3.1	20.4±2.9	59.1±4.6	60.6±3.0	33.8±4.6	36.4±4.3	48.4±7.6	52.0±1.5
PR (10%)/EtOH (90%)	10.4±1.0	23.7±2.1	51.6±6.8	60.9±1.3	25.9±9.9	36.5±4.2	45.3±10.0	48.4±6.6
PR (20%)/EtOH (80%)	6.6±1.7	33.4±4.0	29.7±6.5	41.8±3.2	9.9±1.9	40.6±2.6	7.8±6.0	56.7±0.8
None (virulence control)		34.4±8.6		60.2±5.9		45.2±7.3		58.6±7.0

^aPS, *Pycnoporus sanguineus*; ^bRP, *Rhodonia placenta*; ^cTV, *Trametes versicolor*; ^dCP, *Coniophora puteana*; ^ebeech sample; ^fpine sample; ^gRR, crude resin; ^hEO, ethanol; ⁱEO, essential oil; ^jPR, purified resin.

indicated that PR or RR impregnation did not improve the durability of wood to decay, with the exception, in some cases, of 20% RR and PR. This concentration is too high to seriously consider the use of both resins as anti-fungal treatments. However, the effects observed on wood durability make it possible to envisage their use in combination with other biocides. EO appeared to be slightly more efficient than the other two fractions, although its overall behavior was more or less similar. Moreover, the degradation of control blocks placed in the same Petri dishes as specimens impregnated with EO was quite low with a WL of 18.1% instead of around 50%, which was observed for all the other controls. This indicates a possible diffusion of the oil into the medium.

Conclusion

In conclusion, GC-MS analysis of the three fractions of the *D. edulis* resin demonstrated a mixture of monoterpenes for EO and a mixture of monoterpenes and triterpenes for RR and PR, among which amyryns (isomer amyryn 1 and 2) are being identified. Biological studies reveal that the three fractions of *D. edulis* showed high anti-termite activity and low or no anti-fungal activity against wood rots. The anti-termite activity can be attributed to their chemical compositions being rich in monoterpenes and triterpenes. However, monoterpene volatility could limit their external use even if their leachability remains low. The resin of *D. edulis* is thus presented as a potential long-term wood preservation alternative obtainable from renewable products. Its large-scale use is easy to foresee due to the large quantity available. The resin of *D. edulis* therefore seems to be a valuable ingredient for the formulation of wood preservative treatments, where anti-termite properties are required. In addition, the hydrophobic nature of the triterpene fraction allows additional properties to be considered as a binding resin for more water-soluble compounds. Further studies are currently under investigation to evaluate these properties.

Author contributions: All the authors have accepted responsibility for the entire content of this submitted manuscript and approved submission.

Research funding: The authors thank the National Agency of Grants and Internship of Gabon for the PhD grant allocated to Walter Fiacre Bédoungindzi. LERMAB is supported by a grant overseen by the French National Research Agency (ANR) as part of the “Investissements d’Avenir” program (ANR-11-LABX-0002-01, Lab of Excellence ARBRE) (funder Id: <http://dx.doi.org/10.13039/501100001665>). The authors

also gratefully acknowledge the GDR 3544 “Science du Bois” for its financial support for the STSM attributed to Walter Fiacre Bédoungindzi to perform termite tests at the Research Unit BioWooEB, CIRAD.

Employment or leadership: None declared.

Honorarium: None declared.

References

- Arihara, S., Umeyama, A., Bando, S., Imoto, S., Ono, M., Yoshikawa, K. (2004) Three new sesquiterpenes from the black heartwood of *Cryptomeria japonica*. *Chem. Pharm. Bull.* 52:463–465.
- Boue, S.M., Raina, A.K. (2003) Effects of plant flavonoids on fecundity, survival, and feeding of the Formosan subterranean termite. *J. Chem. Ecol.* 29:2575–2584.
- Bravery, A.F. (1979) A miniaturised wood-block test for the rapid evaluation of wood preservative fungicides. In: Screening techniques for potential wood preservative chemicals. Proceedings of a special seminar held in association with the 10th annual meeting of the IRG, Peebles 1978. Swedish Wood Preservation Institute Report No. 136, Stockholm.
- Bruneton, J. (2009) Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales (4e ed.). Lavoisier, Eds Tec&Doc EM Inter, Paris.
- Burkill, H.M. (1994) The useful plants of west tropical Africa. The Useful Plants of West Tropical Africa. Volume 2: Families E-I. (Edn 2). Consulté à l'adresse: <https://www.cabdirect.org/cabdirect/abstract/20087206660>.
- Carson, C.F., Riley, T.V. (1995) Antimicrobial activity of the major components of the essential oil of *Melaleuca alternifolia*. *J. Appl. Bacteriol.* 78:264–269.
- Cespedes, C.L., Salazar, J.R., Martinez, M., Aranda, E. (2005) Insect growth regulatory effects of some extracts and sterols from *Myrtillocactus geometrizans* (Cactaceae) against *Spodoptera frugiperda* and *Tenebrio molitor*. *Phytochemistry* 66:2481–2493.
- Chang, S.-T., Cheng, S.-S. (2002) Antitermitic activity of leaf essential oils and components from *Cinnamomum osmophleum*. *J. Agric. Food Chem.* 50:1389–1392.
- Chang, S.T., Wang, S.Y., Wu, C.L., Su, Y.C., Kuo, Y.H. (1999) Anti-fungal compounds in the ethyl acetate soluble fraction of the extractives of Taiwanian (*Taiwania cryptomerioides* Hayata) heartwood. *Holzforschung* 53:487–490.
- Chang, S.T., Cheng, S.S., Wang, S.Y. (2001) Antitermitic activity of essential oils and components from Taiwanian (*Taiwania cryptomerioides*). *J. Chem. Ecol.* 27:717–724.
- Cheng, S.-S., Wu, C.-L., Chang, H.-T., Kao, Y.-T., Chang, S.-T. (2004) Antitermitic and antifungal activities of essential oil of *Calocedrus formosana* leaf and its composition. *J. Chem. Ecol.* 30:1957–1967.
- Cheng, S.-S., Chang, H.-T., Wu, C.-L., Chang, S.-T. (2007) Antitermitic activities of essential oils from coniferous trees against *Coptotermes formosanus*. *Biores. Technol.* 98:456–459.
- Clevenger, J.F. (1928) Apparatus for the determination of volatile oil. *J. Am. Pharm. Assoc.* 17:345–349.
- Cornelius, M.-L., Grace, K.J., Yates III, J.R. (1997) Toxicity of monoterpenoids and other natural products to the formosan subterranean termite (Isoptera Rhinotermitidae). *J. Econ. Entomol.* 90:320–325.

- Cruz-Canizares, J., Domenech-Carbo, M.T., Gimeno-Adelantado, J.V., Mateo-Castro, R., Bosch-Reig, F. (2005) Study of *Burseraceae* resins used in binding media and varnishes from artworks by gas chromatography-mass spectrometry and pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry. *J. Chromatogr. A* 1093:177–194.
- Franz, C., Novak, J. (2010) Sources of essential oils. In: Bayser, K.H.C., Buchbauer, G. (Eds.), *Handbook of Essential Oils*. CRC Press, Boca Ranton. pp. 39–81.
- Fokialakis, N., Osbrink, W.L.A., Mamonov, L.K., Gemejeva, N.G., Mims, A.B., Skaltsounis, A.L., Cantrell, C.L. (2006) Antifeedant and toxicity effects of thiophenes from four Elchinops species against the Formosan subterranean termite, *Coptotermes formosanus*. *Pest Manage. Sci.* 62:832–838.
- Geetha, T., Varalakshmi, P. (2001) Anti-inflammatory activity of lupeol and lupeol linoleate in rats. *J. Ethnopharmacol.* 76:77–80.
- Gérardin, P. (2016) New alternatives for wood preservation based on thermal and chemical modification of wood – a review. *Ann. Forest Sci.* 73:559–570.
- Inouye, S., Takizawa, T., Yamaguchi, H. (2001) Antibacterial activity of essential oils and their major constituents against respiratory tract pathogens by gaseous contact. *J. Antimicrob. Chemother.* 47:565–573.
- Isman, M.B., Machial, C.M. (2006) Pesticides based on plant essential oils: from traditional practice to commercialization. In: *Advances in Phytomedicine* (Vol. 3). Eds. Rai, M., Carpinella, M.C., Elsevier BV, Amsterdam. pp. 29–44 (Chapter 2).
- Kadir, R., Ali, N.M., Soit, Z., Khamaruddin, Z. (2014) Antitermitic potential of heartwood and bark extract and chemical compounds isolated from *Madhuca utilis* Ridl. HJ Lam and *Neobalanocarpus heimii* King PS Ashton.
- Kinyanjui, T., Gitu, P.M., Kamau, G.N. (2000) Potential antitermite compounds from *Juniperus procera* extracts. *Chemosphere* 41:1071–1074.
- Koudou, J., Obame, L.C., Kumulungui, B.S., Edou, P., Figueredo, G., Chalchat, C., Traore, A.S. (2009) Volatile constituents and antioxidant activity of *Aucoumea klaineana* Pierre essential oil. *Afr. J. Pharm. Pharmacol.* 3:323–326.
- Lucero-Gomez, P., Mathe, C., Vieillescazes, C., Bucio, L., Belio, I., Vega, R. (2014) Analysis of Mexican reference standards for *Bursera* spp. resins by gas chromatography-mass spectrometry and application to archaeological objects. *J. Archaeol. Sci.* 41:679–690.
- Obame, L.C., Koudou, J., Kumulungui, B.S., Bassolé, I.H., Edou, P., Ouattara, A.S., Traoré, A.S. (2007) Antioxidant and antimicrobial activities of *Canarium schweinfurthii* Engl. essential oil from Centrafrican Republic. *Afr. J. Biotechnol.* 6.
- Obame, L.C., Edou Engonga, P., Bassolé, I.H.N., Koudou, J., Agnanié, H., Eba, F., Traoré, A.S. (2008) Chemical composition, antioxidant and antimicrobial properties of the essential oil of *Dacryodes edulis* (G. Don) H. J. Lam from Gabon. *Afr. J. Microbiol. Res.* 2:148–152.
- Onuorah, E.O. (2000) The wood preservative potentials of heartwood extracts of *Milicia excelsa* and *Erythrophleum suaveolens*. *Biores. Technol.* 75:171–173.
- Osipitan, A.A., Oseyemi, A.E. (2012) Evaluation of the bio-insecticidal potential of some tropical plant extracts against termite (Termitidae: Isoptera) in Ogun State, Nigeria – SciAlert Responsive Version. *J. Entomol.* 9:257–265.
- Pal, M., Kumar, R., Tewari, S.K. (2011) Anti-termite activity of essential oil and its components from *Myristica fragrans* against *Microcerotermes beesonii*. *J. Appl. Sci. Environ. Manage.* 15:559–561.
- Park, I.K., Shin, S.C. (2005) Fumigant activity of plant essential oils and components from garlic (*Allium sativum*) and clove bud (*Eugenia caryophyllata*) oils against the Japanese termite (*Reticulitermes speratus kolbe*). *J. Agric. Food Chem.* 53:4388–4392.
- Rüdiger, A.L., Veiga-Junior, V.F. (2013) Chemodiversity of ursane- and oleanane-type triterpenes in Amazonian *Burseraceae* Oleoresins. *Chem. Biodiver.* 10:1142–1153.
- Sakasegawa, M., Hori, K., Yatagai, M. (2003) Composition and antitermite activities of essential oils from *Melaleuca* species. *J. Wood Sci.* 49:181–187.
- Schultz, T.P., Nicholas, D.D., Preston, A.F. (2007) A brief review of the past, present and future of wood preservation. *Pest Management Sci.* 63:784–788.
- Siani, A.C., Nakamura, M.J., Tappin, M.R.R., Monteiro, S.S., Guimaraes, A.C., Ramos, M.F.S. (2012) Chemical composition of South American *Burseraceae* non-volatile oleoresins and preliminary solubility assessment of their commercial blend. *Phytochem. Anal.* 23:529–539.
- Siramon, P., Ohtani, Y., Ichiura, H. (2009) Biological performance of *Eucalyptus camaldulensis* leaf oils from Thailand against the subterranean termite *Coptotermes formosanus* Shiraki. *J. Wood Sci.* 55:41–46.
- Sogabe, A., Kinjo, K., Abe, F., Yamauchi, T., Yaga, S. (2000) Termiticidal substances from the heartwood of *Cryptomeria japonica* D. Don. *Mokuzai Gakkaishi* 46:124–131.
- Su, N., Scheffrahn, R. (1990) Economically important termites in the United-States and their control. *Sociobiology* 17:77–94.
- Susunaga, G.S., Siani, A.C., Pizzolatti, M.G., Yunes, R.A., Delle Monache, F. (2001) Triterpenes from the resin of *Protium heptaphyllum*. *Fitoterapia* 72:709–711.
- Tedonkeng, P.E., Zollo, P.A., Tendonkeng, F., Kana, J.R., Fongang, M.D., Tapondjou, L.A. (2004) Composition chimique et effet acaricide des huiles essentielles des feuilles de *Chromolaena odorata* (L.) et d'*Eucalyptus saligna* Smith sur les tiques (*Rhipicephalus lunulatus* Neumann) de la chèvre naine de Guinée dans l'Ouest-Cameroun. *Livestock Res. Rural Dev.* 16:1–9.
- Torres, P., Avila, J.G., de Vivar, A.R., Garcia, A.M., Marín, J.C., Aranda, E., Cespedes, C.L. (2003) Antioxidant and insect growth regulatory activities of stilbenes and extracts from *Yucca periculosa*. *Phytochemistry* 64:463–473.
- Verma, M., Sharma, S., Prasad, R. (2009) Biological alternatives for termite control: a review. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 63:959–972.

Tableau 20: Inhibition de la croissance fongique par les résines brutes après 12 jours maximum

Inhibition de la croissance (%)												
	Champignons utilisés et concentrations des résines brutes en ppm											
	<i>Coriolus versicolor</i>			<i>Pycnoporus sanguineus</i>			<i>Coniophora puteana</i>			<i>Poria placenta</i>		
	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500
<i>A.klaineana</i>	35,2±8,5	49,4±20,0	64,4±22,5	22,4±0,8	44,3±9,9	59,4±0,6	52,4±5,3	58,6±3,6	69,3±7,6	29,3±1,3	32,7±2,2	44,4±1,1
<i>C.schweinfurthii</i>	39,1±1,4	52,2±3,1	74,1±2,0	27,1±2,2	48,8±3,9	62,3±7,7	59,8±3,5	66,6±6,5	79,6±5,7	33,1±1,8	43,1±0,2	53,5±8,0
<i>D.buettneri</i>	24,3±11,7	35,0±4,3	51,1±9,5	35,2±7,7	37,4±12,8	43,1±11,2	48,1±3,5	52,4±3,3	59,4±2,3	20,6±2,5	26,3±5,2	28,5±2,3
<i>D.edulis</i>	13,3±3,0	59,8±4,6	69,8±3,5	32,8±0,7	42,2±1,5	50,0±3,7	52,4±5,3	69,3±7,6	80,4±3,5	24,1±4,9	28,3±4,1	43,7±1,9

Tableau 21: Inhibition de la croissance fongique par les huiles essentielles après 12 jours maximum

	Inhibition de la croissance (%)											
	Champignons utilisés et concentrations des huiles essentielles en ppm											
	<i>Coriolus versicolor</i>			<i>Pycnoporus sanguineus</i>			<i>Coniophora puteana</i>			<i>Poria placenta</i>		
	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500
<i>A.klaineana</i>	57,2±4,5	86,8±8,3	100,0±0,0	40,0±4,9	70,4±1,5	100,0±0,0	70,7±6,6	97,5±14,7	100,0±0,0	54,1±7,7	74,1±0,6	100,0±0,0
<i>C.schweinfurthii</i>	59,2±5,1	100,0±0,0	100,0±0,0	64,4±0,0	100,0±0,0	100,0±0,0	84,4±5,9	100,0±0,0	100,0±0,0	64,3±0,8	97,7±7,2	100,0±0,0
<i>D.buettneri</i>	12,2±1,1	18,5±4,2	33,0±1,4	20,0±2,0	25,4±3,3	33,3±2,0	25,3±2,8	41,1±1,8	51,6±7,7	32,6±1,9	28,9±9,8	44,1±9,5
<i>D.edulis</i>	35,0±4,8	67,4±6,5	99,1±1,2	44,6±3,1	75,2±5,7	100,0±0,0	54,1±1,0	76,1±4,8	100,0±0,0	62,6±2,8	90,0±1,5	100,0±0,0

Tableau 22: Inhibition de la croissance fongique par les résines purifiées après 12 jours maximum

	Inhibition de la croissance (%)											
	Champignons utilisés et concentrations des résines purifiées en ppm											
	<i>Coriolus versicolor</i>			<i>Pycnoporus sanguineus</i>			<i>Coniophora puteana</i>			<i>Poria placenta</i>		
	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500	500	1000	1500
<i>A.klaineana</i>	13,0±2,3	23,9±2,3	38,4±5,0	25,6±2,9	32,4±1,9	37,0±3,4	29,6±2,3	44,1±21,8	54,2±17,3	33,7±3,4	34,8±3,4	49,3±5,2
<i>C.schweinfurthii</i>	27,0±6,5	28,9±7,4	40,7±7,2	39,1±4,6	47,4±5,0	50,9±5,7	37,0±5,6	58,0±3,6	74,8±7,6	34,8±14,6	39,3±13,3	57,4±9,9
<i>D.buettneri</i>	12,2±1,1	18,5±4,2	33,0±1,4	20,0±2,0	25,4±3,3	33,3±2,0	25,3±2,8	41,1±1,8	51,6±7,7	32,6±1,9	28,9±9,8	44,1±9,5
<i>D.edulis</i>	30,0±5,9	30,3±3,9	35,9±5,7	13,9±1,1	17,8±1,5	37,2±14,8	12,0±0,2	17,8±1,5	21,8±1,2	15,9±1,2	19,8±1,4	23,9±2,6

Bibliographie

Bibliographie

- Aaserud, J., Larnøy, E., Glomm, W.R., 2009.** Alternative systems for wood preservation, based on treatment with silanes, in: Proceedings of the 5th Meeting of the Nordic-Baltic Network in Wood Material Science and Engineering (WSE). pp. 21–26.
- Ageos, 2016.** Report on the state of satellite coverage of the Gabonese forest heritage.
- Ajiwe, V.I.E., Obika, A.E., 2000.** African pear seed oil: potential alternative source to diesel oil. *Energy & fuels* 14, 112–116.
- Alborch, L., Bragulat, M.R., Abarca, M.L., Cabanes, F.J., 2011.** Temperature and incubation time effects on growth and ochratoxin A production by *Aspergillus sclerotioniger* and *Aspergillus lacticoffeatus* on culture media. *Letters in applied microbiology* 52, 208–212.
- Appanah, S., Turnbull, J.M., 1998.** A review of dipterocarps: taxonomy, ecology, and silviculture. Cifor.
- Arihara, S., Umeyama, A., Bando, S., Imoto, S., Ono, M., Yoshikawa, K., 2004.** Three new sesquiterpenes from the black heartwood of *Cryptomeria japonica*. *Chem. Pharm. Bull.* 52, 463–465. <https://doi.org/10.1248/cpb.52.463>.
- Arni, P.C., Gray, J.D., Scougall, R.K., 1961.** Chemical modification of wood I. Use of trifluoroacetic anhydride in the esterification of wood by carboxylic acids. *Journal of Applied Chemistry* 11, 157–163.
- Arni, P.G., Gray, J.D., Scougall, R.K., 1961.** Chemical modification of wood II. Use of trifluoroacetic acid as catalyst for the acetylation of wood. *Journal of Applied Chemistry* 11, 163–170.
- Association française de normalisation, 2000.** Huiles essentielles. Tome 2, Monographies relatives aux huiles essentielles. AFNOR, Paris La Défense, France.
- Aubréville, A., 1959.** « La flore forestière de la Côte d'Ivoire ». 107 noms vernaculaires de plantes.
- Austin, J.W., Szalanski, A.L., Scheffrahn, R.H., Messenger, M.T., 2005.** Genetic variation of *Reticulitermes flavipes* (Isoptera: Rhinotermitidae) in North America applying the

Bibliographie

- mitochondrial rRNA 16S gene. *Annals of the Entomological Society of America* 98, 980–988.
- Austin, J.W., Szalanski, A.L., Myles, T.G., Borges, P.A., Nunes, L., Scheffrahn, R.H., 2012.** First record of *Reticulitermes flavipes* (Isoptera: Rhinotermitidae) from Terceira Island (Azores, Portugal). *Florida Entomologist* 95, 196–199.
- Baird, B.R., 2007.** Dimensional stabilization of wood by vapor phase chemical treatments. *Wood and Fiber Science* 1, 54–63.
- Bamber, R.K., 1987.** Sapwood and heartwood. Forestry Commission of New South Wales, Wood Technology and Forest Research.
- Banno, N., Akihisa, T., Yasukawa, K., Tokuda, H., Tabata, K., Nakamura, Y., Nishimura, R., Kimura, Y., Suzuki, T., 2006.** Anti-inflammatory activities of the triterpene acids from the resin of *Boswellia carteri*. *Journal of ethnopharmacology* 107, 249–253.
- BASF France SAS division Agro-21.** <https://www.agro.basf.fr/fr/cultures/ble/protection-fongicide-ble/efficacite-des-triazoles/triazoles-caracteristiques.html>.
- Basile, A.C., Sertié, J.A.A., Freitas, P.C.D., Zanini, A.C., 1988.** Anti-inflammatory activity of oleoresin from *Brazilian Copaifera*. *Journal of Ethnopharmacology* 22, 101–109.
- Bédounguindzi W.F., Candelier K., Edou Engonga P., Dumarçay S., Thévenon M.F., Gérardin, P., 2018.** Chemical characterizations and antitermite activities of the volatile (essential oil and crude resin) and heavy (purified resin) fractions of *Canarium schweinfurthii* (Aiélé) from Gabon. Retrieved February 8, 2019, from the Proceedings of the 7th GDR 3544 Wood Sciences Scientific Days website: <http://agritrop.cirad.fr/590096>.
- Bédounguindzi W.F., Candelier K., Edou Engonga P., Dumarçay S., Thévenon M.F., Gérardin, P., 2020.** Anti-termite and anti-fungal bio-sourced wood preservation ingredients from *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam resin. *Holzforschung*, <https://doi.org/10.1515/hf-2019-0106>.
- Berhaut, J., 1967.** Flore du Sénégal. 2^{ème} édition, DAKAR, 485 :257-258.
- Bhatt, J.R., Nair, M.N.B., Ram, H.M., 1989.** Enhancement of oleo-gum resin production in *Commiphora wightii* by improved tapping technique. *Current science* 349–357.

Bibliographie

- Blanchette, R.A., Burnes, T.A., Leatham, G.F., Effland, M.J., 1988.** Selection of white-rot fungi for biopulping. *Biomass* 15, 93–101.
- Blanc-Mouchet, J., Perrot, M., 1987.** Odeurs : l'essence d'un sens.
- Boonstra, M.J., Tjeerdsma, B., 2006.** Chemical analysis of heat treated softwoods. *Holz als Roh-und Werkstoff* 64, 204.
- Bouchra, C., Achouri, M., Hassani, L.I., Hmamouchi, M., 2003.** Chemical composition and antifungal activity of essential oils of seven Moroccan *Labiatae* against *Botrytis cinerea* Pers: *Fr. Journal of ethnopharmacology* 89, 165–169.
- Boue, S.M., Raina, A.K., 2003.** Effects of plant flavonoids on fecundity, survival, and feeding of the *Formosan subterranean* termite. *J. Chem. Ecol.* 29, 2575–2584. <https://doi.org/10.1023/A:1026318203775>.
- Bourdeaut, J., 1971.** Le safoutier (*Pachylobus edulis*). *Fruits* 26, 663–666.
- Bravery, A.F., Derbyshire, H., 1979.** Control of blue stain fungi in service. 1. Development of a test method for determining the effectiveness of preservatives applied by techniques other than brushing. *Materials and organisms*.
- Brelid, P.L., Simonson, R., Bergman, Ö., Nilsson, T., 2000.** Resistance of acetylated wood to biological degradation. *Holz als Roh-und Werkstoff* 58, 331–337.
- Bruneton, J., 1993.** Pharmacognosie : phytochimie plantes médicinales.
- Bruneton, J., 2009.** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales (4e ed.). Lavoisier.
- Budavari, S., O'neil, M.J., Smith, A., Heckelman, P.E., Obenchain Jr, J.R., Gallipeau, J.A.R., D'Arecea, M.A., 1996.** The Merck index: An encyclopedia of chemicals, drugs, and biologicals. Whitehouse Station, NJ: Merck & Co. Inc 450, 1674.
- Burger, P., 2008.** Caractérisation moléculaire de résines végétales archéologiques et actuelles : étude de résines de *Dipterocarpaceae*. Thèse de doctorat : Université de Strasbourg 1 (France).
- Burkill, H.M., 1994.** The useful plants of west tropical Africa. Volume 2: Families El. Royal Botanic Gardens.

Bibliographie

- Burkill, H.M., 1985.** The Useful Plants of West Tropical Africa, 2nd Edn, Vol. 1. London: Kew, Royal Botanic Gardens.
- Caballé, G., 1978.** Essai sur la géographie forestière du Gabon. Adansonia.
- Carrière, M., 1994.** Plantes de Guinée à l'usage des éleveurs et des vétérinaires. Annexes. CIRAD-EMVT.
- Carson, C.F., Riley, T.V., 1995.** Antimicrobial activity of the major components of the essential oil of *Melaleuca alternifolia*. Journal of applied bacteriology 78, 264–269.
- Céspedes, C.L., Salazar, J.R., Martínez, M., Aranda, E., 2005.** Insect growth regulatory effects of some extracts and sterols from *Myrtillocactus geometrizans* (Cactaceae) against *Spodoptera frugiperda* and *Tenebrio molitor*. Phytochemistry 66, 2481-2493. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2005.07.010>.
- Cetin, N.S., Ozmen, N., 2001.** Dimensional changes in Corsican and Scots pine sapwood due to reaction with crotonic anhydride. Wood Science and Technology 35, 257-267.
- Chalchat, J.C., Chiro, F., Garry, R.Ph., Lacoste, J. & Santos, V., 2000.** Photochemical hydroperoxidation of terpenes. Antimicrobial activity of α -pinene and limonene hydroperoxides. *J. Ess. Oil Res.*, 12, p.125-125.
- Chang, H.-T., Chang, S.-T., 2002.** Moisture excluding efficiency and dimensional stability of wood improved by acylation. Bioresource Technology 85, 201-204.
- Chang, S.-T., Wang, S.-Y., Wu, C.-L., Su, Y.-C., Kuo, Y.-H., 1999.** Antifungal compounds in the ethyl acetate soluble fraction of the extractives of Taiwania (*Taiwania cryptomerioides Hayata*) heartwood. Holzforschung 53, 487-490.
- Chang, S.-T., Chang, H.-T., 2001.** Comparisons of the photostability of esterified wood. Polymer Degradation and Stability 71, 261-266.
- Chang, S.-T., Chen, P.-F., Chang, S.-C., 2001.** Antibacterial activity of leaf essential oils and their constituents from *Cinnamomum osmophloeum*. Journal of Ethnopharmacology 77, 123-127. [https://doi.org/10.1016/S0378-8741\(01\)00273-2](https://doi.org/10.1016/S0378-8741(01)00273-2).

Bibliographie

- Chang, S.-T., Cheng, S.-S., 2002.** Antitermitic activity of leaf essential oils and components from *Cinnamomum osmophleum*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 50, 1389–1392.
- Cheng, S.-S., Chang, H.-T., Wu, C.-L., Chang, S.-T., 2007.** Anti-termite activities of essential oils from coniferous trees against *Coptotermes formosanus*. *Bioresource technology* 98, 456–459.
- CICRP (Centre Interdisciplinaire de Conservation et de Restauration du Patrimoine) & INRA. 2013.** Insectes du patrimoine Culturel-Insectes dangereux pour les œuvres patrimoniales. [En ligne]. <http://www.ensam.inra.fr/cbcp/insectes-du-patrimoine/?q=fr>.
- Clément, J.-L., Bagnères, A.-G., Uva, P., Wilfert, L., Quintana, A., Reinhard, J., Dronnet, S., 2001.** Biosystematics of *Reticulitermes* termites in Europe: morphological, chemical and molecular data. *Insectes sociaux* 48, 202–215.
- Clermont, L.P., 1957.** The effect of swelling agents and catalysts on acetylation of wood. *Forest Prod J* 7, 167–170.
- Clevenger, J.F., 1928.** Apparatus for the Determination of Volatile Oil. *The Journal of the American Pharmaceutical Association* (1912) 17, 345–349. <https://doi.org/10.1002/jps.3080170407>.
- Colombini, M.P., Modugno, F., 2009.** Organic mass spectrometry in art and archaeology. John Wiley & Sons.
- Cordemoy, H.J., 1911.** Plantes à gommés et à résines.
- Cornelius, M.L., Grace, K.J., Yates III, J.R., 1997.** Toxicity of monoterpenoids and other natural products to the Formosan subterranean termite (Isoptera: *Rhinotermitidae*). *Journal of Economic Entomology* 90, 320-325.
- Cosentino, S., Tuberoso, C.I.G., Pisano, B., Satta M., Mascia, V., Arzedi, E. & Palmas, F., 1999.** In-vitro antimicrobial activity and chemical composition of *Sardinian Thymus* essential oils. *Lett Appl Microbiol.* 29 (2), 130-135.

Bibliographie

- Cox S.D., Mann C.M., Markham J.L., Gustafson J.E., Warmington J.R., Wyllie S.G., 2001.** Determining the antimicrobial actions of tea tree oil. *Molecules*, 6, 87-91.
- Culioli, G., Mathe, C., Archier, P., Vieillescazes, C., 2003.** A lupane triterpene from frankincense (*Boswellia* sp., Burseraceae). *Phytochemistry*, 62 (4): 537-541.
- Cuny, H., 2013.** Dynamique intra-annuelle de la formation du bois de trois espèces de conifères (sapin pectiné, épicéa commun et pin sylvestre) dans les Vosges : De la description des patrons saisonniers de la croissance à l'étude de l'influence de l'environnement sur la cinétique du développement cellulaire et les caractéristiques anatomiques du xylème. Thèse de doctorat : Université de Lorraine (France).
- Damay, J., 2014.** Développement de nouveaux traitements du bois basé sur le procédé d'imprégnation axiale. Thèse de doctorat : Université de Lorraine (France).
- De la Cruz-Cañizares, J., Doménech-Carbó, M.-T., Gimeno-Adelantado, J.-V., Mateo-Castro, R., Bosch-Reig, F., 2005.** Study of Burseraceae resins used in binding media and varnishes from artworks by gas chromatography mass spectrometry and pyrolysis-gas chromatography mass spectrometry. *Journal of Chromatography A* 1093, 177-194.
- Diouf, P.N., Delbarre, N., Perrin, D., Gerardin, P., Rapin, C., Jacquot, J.P., Gelhaye, E., 2002.** Influence of tropolone on *Poria placenta* wood degradation. *Appl. Environ. Microbiol.* 68, 4377-4382.
- Doat, J., 1978.** Les tanins dans les bois tropicaux.
- Donath, S., Militz, H., Mai, C., 2006.** Treatment of wood with aminofunctional silanes for protection against wood destroying fungi. *Holzforschung* 60, 210-216.
- Donath, S., Militz, H., Mai, C., 2004.** Wood modification with alkoxysilanes. *Wood Science and Technology* 38, 555-566.
- Dulbecco, P., Luro, D., 1998.** L'essentiel sur le bois. Centre technique du bois et de l'ameublement.
- Dumonceaux, T.J., Bartholomew, K.A., Charles, T.C., Moukha, S.M., Archibald, F.S., 1998.** Cloning and sequencing of a gene encoding cellobiose dehydrogenase from *Trametes versicolor*. *Gene* 210, 211-219.

Bibliographie

Durvelle, J.P., 1930. Fabrication des essences et des parfums : Chimie des parfums.

Durvelle, J.-P., 1893. Fabrication des essences et des parfums : plantes à parfum. Extraction des essences et des parfums par distillation par expression et par les dissolvants. J. Fritsch.

Dweck, A., 2002. Herbal medicine for the skin. Their chemistry and effects on skin and mucous membranes. *Journal of Applied Cosmetology* 20, 83–83.

Dzubak, P., Hajduch, M., Vydra, D., Hustova, A., Kvasnica, M., Biedermann, D., Markov L., Urban, M., Sarek, J., 2006. Pharmacological activities of natural triterpenoids and their therapeutic implications. *Nat. Prod. Rep.* (23): 394-411.

Edou Engonga, P., Abdoul-Latif, F.M., Obame Engonga, L.C., Mewono, L., Agnanié, H., 2012. Volatile constituents of *Canarium schweinfurthii* Engl. essential oil from Gabon. *International Journal of AgriScience* 2, 200–203.

El Ajjouri, M., Ghanmi, M., Satrani, B., Amarti, F., Rahouti, M., Aafi, A., Ismaili, M.R., Farah, A., 2010. Composition chimique et activité antifongique des huiles essentielles de *Thymus algeriensis* et *Thymus ciliatus* contre les champignons de pourriture du bois. *Acta Botanica Gallica* 157, 285–294.

El Ajjouri M., 2013. Etude de la composition chimique et de l'efficacité des huiles essentielles de quelques espèces du genre *Thymus* dans la préservation du bois contre les champignons lignivores. Thèse de doctorat: Université Mohamed V (Maroc).

EN 113., 2004. Wood preservative: Determination of the threshold of efficacy against basidiomycetes lignivorous fungi grown on a geological environment. French Association of Standardization (Afnor), 22.

EN 117., 2013. Wood preservative: Determination of the threshold of efficacy against *Reticulitermes santonensis* de Feytaud. French Association of Standardization (Afnor), 16.

EN 335-1., 2007. Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois- Définition des classes d'emploi.

Bibliographie

- EN 335-2., 2007. Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois- Définition des classes d'emploi- Partie 2 : application au bois massif.**
- EN 350-2., 1994. Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois- Durabilité naturelle et du bois massif.**
- Eriksson, K.-E., 1978.** Enzyme mechanisms involved in cellulose hydrolysis by the rot fungus *Sporotrichum pulverulentum*. *Biotechnology and Bioengineering* 20, 317–332.
- Eriksson, K.-E.L., Blanchette, R.A., Ander, P., 1990.** Morphological aspects of wood degradation by fungi and bacteria, in: *Microbial and Enzymatic Degradation of Wood and Wood Components*. Springer, pp. 1–87.
- Evans, P.D., Wallis, A.F.A., Owen, N.L., 2000.** Weathering of chemically modified wood surfaces. *Wood Science and Technology* 34, 151–165.
- Fahn, A., 1979.** Secretory tissues in plants. Academic Press London.
- Faraji, F., 2005.** Etude de la durabilité d'un composite multicouche en mélange de placages de durabilités variables. Thèse de doctorat : Université de Montpellier (France).
- Fattorusso, E., Santacroce, C., Xaasan, C.F., 1985.** Dammarane triterpenes from the resin of *Boswellia frereana*. *Phytochemistry* 24, 1035-1036.
- FCBA, 2013.** « Observation National Termite ». [En ligne]. Disponible sur : <http://www.termite.com.fr>.
- Fengel, D., Wegener, G., 1984.** *Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions*. Berlin: Walter de Gruyter. 613, 1960–1982. ISBN: 3-11-00841-3.
- Fokialakis, N., Osbrink, W.L.A., Mamonov, L.K., Gemejeva, N.G., Mims, A.B., Skaltsounis, A.L., Lax, A.R., Cantrell, C.L., 2006.** Antifeedant and toxicity effects of thiophenes from four Elchinops species against the *Formosan subterranean* termite, *Coptotermes formosanus*. *Pest Manag. Sci.* 62, 832–838. <https://doi.org/10.1002/ps.1237>.
- Fouquet, D., Zaremski, A., Louppe, D., 2009.** Les termites dans le monde. Quae éditions.
- Franchome, P., 1981.** Note préliminaire sur la complexité biochimique et les potentialités thérapeutiques des huiles essentielles. *Phytomédecine*, p.104-109.

Bibliographie

- Franchomme, P., Jollois, R., Pénoël, D., 1990.** Matière médicale aromatique fondamentale L'aromathérapie exactement. Roger Jollois éditeur, Limoges, France 44–48.
- Franz, C., Novak, J., 2010.** Sources of essential oils. In: Bayser, K.H.C., Buchbauer, G. (Eds.), Handbook of Essential Oils. CRC Press, Boca Ranton, 39-81.
- Freeman, M.H., Nicholas, D.D., Schultz, T.P., 2006.** Nonarsenical wood protection: Alternatives for chromated copper arsenate, creosote and pentachlorophenol, in: Environmental Impacts of Treated Wood. CRC Press, pp. 31-48.
- Furuno, T., Imamura, Y., Kajita, H., 2004.** The modification of wood by treatment with low molecular weight phenol-formaldehyde resin: a properties enhancement with neutralized phenolic-resin and resin penetration into wood cell walls. Wood Science and Technology 37, 349–361.
- Gabrielli, C.P., Kamke, F.A., 2010.** Phenol–formaldehyde impregnation of densified wood for improved dimensional stability. Wood science and technology 44, 95–104.
- Gattefossé, R.M., 1928.** Aromathérapie- Giradot. Paris.
- Geetha, T., Varalakshmi, P., 2001.** Anti-inflammatory activity of lupeol and lupeol linoleate in rats. Journal of ethnopharmacology 76, 77–80.
- Georges, A.N., Olivier, C.K., Simard, R.E., 1992.** *Canarium schweinfurthii* Engl.: Chemical composition of the fruit pulp. Journal of the American Oil Chemists' Society 69, 317–320.
- Gerardin, P., 2016.** New alternatives for wood preservation based on thermal and chemical modification of wood- a review. Ann. For. Sci. 73, 559–570. <https://doi.org/10.1007/s13595-015-0531-4>.
- Gérardin-Charbonnier, C., Gérardin, P., 2019.** Chapitre 7. Préservation du bois : Etat de l'art et nouvelles alternatives, 197-233. Dans Chimie pour la transformation durable de la ressource lignocellulosique, Tome III, Presses Universitaires de Bordeaux. ISSN 1621-1111.
- Ghestem, A., Seguin, E., Paris, M., Orecchioni, A.M., 2001.** Le préparateur en pharmacie, dossier 2, Botanique, Pharmacognosie, Phytothérapie. Homéopathie. Ed. TEC et DOC.

Bibliographie

- Goeb, P., 1999.** Aromathérapie pratique et familiale : connaître l'essentiel sur le massage aromatique. MDB.
- Green III, F., Highley, T.L., 1997.** Mechanism of brown-rot decay: paradigm or paradox. *International Biodeterioration & Biodegradation* 39, 113–124.
- Green III, F., Clausen, C.A., 2005.** Copper tolerance of brown-rot fungi: oxalic acid production in southern pine treated with arsenic-free preservatives. *International biodeterioration & biodegradation* 56, 75–79.
- Grenier, D., Baillères, H., Méot, J.M., Langbour, P., Lanvin, J.D., 2003.** A study of water loss and oil absorption during oleothermic treatment of wood, in: *Proceeding of the 1st European Conference on Wood Modification*, Belgium. pp. 23–32.
- Hadi, Y.S., Westin, M., Rasyid, E., 2005.** Resistance of furfurylated wood to termite attack. *Forest Products Journal* 55.
- Hagerman, A.E., 2002.** Tannin Handbook. Miami University. Oxford, OH, Available online at www.users.muohio.edu/hagermae/473474, 475–476.
- Haluk, J.-P., Roussel, C., 2000.** Caractérisation et origine des tropolones responsables de la durabilité naturelle des *Cupressacées*. Application potentielle en préservation du bois. *Annals of forest science* 57, 819–829.
- Handbook, W., 1999.** Wood Handbook-Wood as an engineering material. US Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, Madison, WI, USA. Gen. Tech. Rep. FPLGTR-113.
- Hecketsweiler, P., 1992.** Phénologie et saisonnalité en forêt gabonaise : l'exemple de quelques espèces ligneuses. Thèse de doctorat : Université de Montpellier II (France).
- Higuchi, T., 1982.** Biodegradation of lignin: biochemistry and potential applications, in: *New Trends in Research and Utilization of Solar Energy through Biological Systems*. Springer, pp. 87–94.
- Hill, C.A.S., Jones, D., 1996.** The dimensional stabilization of Corsican pine sapwood by reaction with carboxylic acid anhydrides. The effect of chain length. *Holzforschung-*

Bibliographie

- International Journal of the Biology, Chemistry, Physics and Technology of Wood 50, 457–462.
- Hill, C.A.S., Cetin, N.S., Ozmen, N., 2000.** Potential catalysts for the acetylation of wood. *Holzforschung* 54, 269–272.
- Hill, C.A., Cetin, N.S., Quinney, R.F., Derbyshire, H., Ewen, R.J., 2001.** An investigation of the potential for chemical modification and subsequent polymeric grafting as a means of protecting wood against photodegradation. *Polymer Degradation and Stability* 72, 133–139.
- Hill, C.A., Papadopoulos, A.N., 2002.** The pyridine-catalysed acylation of pine sapwood and phenolic model compounds with carboxylic acid anhydrides. Determination of activation energies and entropy of activation. *Holzforschung* 56, 150–156.
- Hill, C.A., Hale, M.D., Ormondroyd, G.A., Kwon, J.H., Forster, S.C., 2006.** Decay resistance of anhydride-modified Corsican pine sapwood exposed to the brown rot fungus *Coniophora puteana*. *Holzforschung* 60, 625–629.
- Hill, C.A., 2007.** Wood modification: chemical, thermal and other processes. John Wiley & Sons.
- Hill, C.A.S., Curling, S.F., Kwon, J.H., Marty, V., 2009.** Decay resistance of acetylated and hexanoylated hardwood and softwood species exposed to *Coniophora puteana*. *Holzforschung*, 63: 619-625.
- Holmbom, B. Eckerman, C., Eklund, P., Hemming, J., Nisula, L., Reunanen, M, Sjöholm, R., Sundberg, A., Sundberg, K. & Willför, S., 2003.** Knots in trees- A new rich source of lignans. *Phytochemistry reviews*. Vol. 2, pp. 331-340.
- Hostettmann, K., 1997.** Tout savoir sur le pouvoir des plantes sources de médicaments. Favre.
- Iacobellis, N.S., Lo Cantore, P., Capasso, F., Senatore, F., 2005.** Antibacterial activity of *Cuminum cyminum* L. and *Carum carvi* L. essential oils. *J. Agric. Food Chem.* 53, 57–61. <https://doi.org/10.1021/jf0487351>.
- Imbert, A., 2017.** Vers une voie de valorisation du hêtre : synthèse de monomères furaniques biosourcés et furfurylation. Thèse de doctorat : Université de Lorraine (France).

Bibliographie

- Inari, G.N., Petrissans, M., Lambert, J., Ehrhardt, J.J., Gérardin, P., 2006.** XPS characterization of wood chemical composition after heat-treatment. *Surface and Interface Analysis: An International Journal devoted to the development and application of techniques for the analysis of surfaces, interfaces and thin films* 38, 1336–1342.
- Inouyea, S., Takizawab, T., Yamaguchia, H., 2001.** Antibacterial activity of essential oils and their major constituents against respiratory tract pathogens by gaseous contact. *Journal of Antimicrobial Chemotherapy* 47, 565–573.
- Isman, M.B., Machial, C.M., 2006.** Chapter 2 Pesticides based on plant essential oils: from traditional practice to commercialization, in: Rai, M., Carpinella, M.C. (Eds.), *Advances in Phytomedicine, Naturally Occurring Bioactive Compounds*. Elsevier, pp. 29–44. [https://doi.org/10.1016/S1572-557X\(06\)03002-9](https://doi.org/10.1016/S1572-557X(06)03002-9).
- Jebrane, M., 2009.** Fonctionnalisation chimique du bois par transestérification des esters d'énol. Thèse de doctorat : Université de Bordeaux 1 (France).
- Jebrane, M., Pichavant, F., Sèbe, G., 2011.** A comparative study on the acetylation of wood by reaction with vinyl acetate and acetic anhydride. *Carbohydrate Polymers* 83, 339–345.
- Jodin, P., 1994.** Le bois, matériau d'ingénierie. Nancy : ARBOLOR, 434 p. ISBN : 2-907086-07-3.
- Junga, U., Militz, H., 2005.** Particularities in agar block tests of some modified woods caused by different protection and decay principles. In: proceeding of 2nd European Conference on Wood Modification. Eds. Militz, H., Hill, C. University of Göttingen, Germany. Pp. 354-362.
- Junior, V.V., Pinto, A.C., 2002.** O gênero *Copaifera* L. *Quim. Nova* 25, 273–286.
- Kadir R., Ali N.M., Soit Z., Khamaruddin Z., 2014.** Antitermitic potential of heartwood and bark extract and chemical compounds isolated from *Madhuca utilis* Ridl. HJ Lam and *Neobalanocarpus heimii* King PS Ashton. *Holzforschung*, 68(6), Pages 713–720.

Bibliographie

- Kapseu, C., Parmentier, M., Kayem, G.J., Schuffenecker, L., Dirand, M., 1996.** Fatty acids and triglycerides of *Canarium schweinfurthii* Engl. fruit. International tree crops journal 9, 77–86.
- Karousou R., Koureas D.N. & Kokkini S., 2005.** Essential oil composition is related to the natural habitats: *Coridothymus capitatus* and *Satureja thymbra* in Natura 200 sites of Crete. Photochemistry, 66, 2668-2673.
- Katović, D., Trajković, J., Bischof-Vukušić, S., Šefc, B., 2005.** Chemical modification of wood with citric acid, in: The Second European Conference on Wood Modification.
- Kengue, J., 1990.** Le Safoutier (*Dacryodes edulis*) (G. Don) HJ Lam. Premières données sur la morphologie et la biologie d'une Burseraceae fruitière et oléifère d'origine africaine. Thèse de doctorat : Université de Yaoundé (Cameroune). 154p.
- Kerharo, J., Adam, J.-G., 1974.** La pharmacopée sénégalaise traditionnelle : plantes médicinales et toxiques.
- Kinyanjui, T., Gitu, P.M., Kamau, G.N., 2000.** Potential antitermite compounds from *Juniperus procera* extracts. Chemosphere 41, 1071–1074. [https://doi.org/10.1016/S0045-6535\(99\)00460-9](https://doi.org/10.1016/S0045-6535(99)00460-9).
- Klemm, D., Philpp, B., Heinze, T., Heinze, U., Wagenknecht, W., 1998.** Comprehensive cellulose chemistry. Volume 1: Fundamentals and analytical methods. Wiley-VCH Verlag GmbH.
- Knobloch, K.A., Pauli, B., Iberi, H., Weigand & Weis, N., 1989.** Antimicrobial properties of essential oil components. *J. Ess. Oil Res.*, 1, 119-128.
- Konno, K., 2011.** Plant latex and other exudates as plant defense systems: roles of various defense chemicals and proteins contained therein. *Phytochemistry* 72, 1510–1530.
- Koudou, J., Abena, A.A., Ngaissona P., Bessière, J.M., 2005.** Chemical composition and pharmacological activity of essential oil of *Canarium schweinfurthii*. *Fitoterapia* 76, 700-703.

Bibliographie

- Koudou, J., Obame, L.-C., Kumulungui, B.S., Edou, P., Figueredo, G., Chalchat, C., Traore, A.S., 2009.** Volatile constituents and antioxidant activity of *Aucoumea klaineana* Pierre essential oil. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology* 3, 323–326.
- Kretschmann, D., 2003.** Natural materials: Velcro mechanics in wood. *Nature materials* 2, 775.
- Kullman, R.M., Reinilardt, R.M., 1978.** Aluminum Salt Catalysts in Durable-Press Finishing Treatments. *Textile Research Journal* 48, 320–324.
- Kutnik, M., 2004.** Évolution, génétique et structure coloniale du termite souterrain *Reticulitermes grassei*. Thèse de doctorat: Université de Tours (France).
- Lahlou, M., 2004.** Methods to study phytochemistry and bioactivity of essential oils. *Phytotherapy Research*, 18, p.435-448.
- Lande, S., Eikenes, M., Westin, M., 2004a.** Chemistry and ecotoxicology of furfurylated wood. *Scandinavian Journal of Forest Research* 19, 14–21.
- Lande, S., Westin, M., Schneider, M., 2004b.** Properties of furfurylated wood. *Scandinavian Journal of Forest Research* 19, 22–30.
- Langenheim, J.H., 2003.** Plant resins: chemistry, evolution, ecology, and ethnobotany. Oregon, US: Timber Press.
- Lavoie, J. M., Stevanovic, T., 2006.** Yield and composition of lipophilic extracts of yellow birch (*Betula alleghaniensis* Britton) as a function of wood age and aging under industrial conditions. *Holzforschung* (60): 184-189.
- Law, D.A., 2010.** An energy analysis and characterization of Safou (*Dacryodes edulis*) as biofuel feedstock (PhD Thesis). Thesis submitted to the Graduate School: Appalachian State University (USA).
- Leniaud, L., Dedeine, F., Pichon, A., Dupont, S., Bagnères, A.-G., 2010.** Geographical distribution, genetic diversity and social organization of a new European termite, *Reticulitermes urbis* (*Isoptera*: Rhinotermitidae). *Biological Invasions* 12, 1389–1402.
- Lewinsohn, E., Gijzen, M., Croteau, R., 1991.** Defense mechanisms of conifers: differences in constitutive and wound-induced monoterpene biosynthesis among species. *Plant physiology* 96, 44–49.

Bibliographie

- Lhumeau, F., 2015.** Développement d'un traitement de préservation pour la protection du bois en usage extérieur. Thèse de doctorat : Université de Mulhouse (France).
- Liang, G.Y., C. D. Bates., A. I. Gray et P. G. Waterman., 1988.** The volatile oil of the oleo-resin of *Aucoumea klaineana* collected in Gabon. *Planta Medica*, (54), p.368-369.
- Louis, A.M., Fontès, J., 1996.** Richesse floristique et biodiversité des forêts du Gabon : exemple de la forêt littorale.
- Lucero-Gomez, P., Mathe, C., Vieillescazes, C., Bucio, L., Belio, I., Vega, R., 2014.** Analysis of Mexican reference standards for *Bursera* spp. resins by Gas Chromatography-Mass Spectrometry and application to archaeological objects. *J. Archaeol. Sci.* 41, 679–690. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.07.021>.
- Luchetti, A., Marini, M., Mantovani, B., 2007.** Filling the European gap: biosystematics of the eusocial system *Reticulitermes* (*Isoptera*, *Rhinotermitidae*) in the Balkanic Peninsula and Aegean area. *Molecular phylogenetics and evolution* 45, 377–383.
- Lukowsky, D., 2002.** Influence of the formaldehyde content of waterbased melamine formaldehyde resins on physical properties of Scots pine impregnated therewith. *Holz als Roh-und Werkstoff* 60, 349–355.
- Lupsea M.O., Mathies L., Scholnecht U., Tiruta-Barna L., Schiopu N., 2012.** Leaching from new generation treated wood: a chemical approach. In: *Environmental Impact*. Eds: Brebbia C.A. and Chon T.S. *WIT Transactions on Ecology and the Environment*, Vol 162, 2012, WIT Press, UK. ISSN 1743-3541 (on-line).
- Lyon, F., 2007.** Amélioration de la durée de vie d'essences de bois peu durables à l'aide d'un traitement combiné boates/huiles végétales. Thèse de doctorat : Université de Montpellier 2 (France).
- Mabicka A., Dumarçay S., Gelhaye E., Gerardin P., 2004.** Inhibition of fungal degradation of wood by 2-hydroxypyridine-N-oxide. *Holzforschung*, Volume 68, Issue 6, Pages 713–720.

Bibliographie

- Mabicka A., Dumarcay S., Rouhier N., Linder M., Jacquot J.P., Gérardi P., Gelhaye E., 2005.** Synergistic wood preservatives involving EDTA, irganox 1076 and 2-hydroxypyridine-N-oxide. *International biodeterioration & biodegradation*, 55(3), 203.
- Mai, C., Militz, H., 2004.** Modification of wood with silicon compounds. Treatment systems based on organic silicon compounds—a review. *Wood Science and Technology* 37, 453–461.
- Marques, D.D., Graebner, I.B., de Lemos, T.L.G., Machado, L.L., Assunção, J.C.C., Monte, F.J.Q., 2010.** Triterpenes from *Protium hebetatum* resin. *Natural product communications* 5, 1934578X1000500805.
- Marques, M., Xavierfilho, J., 1991.** Enzymatic and Inhibitory Activities of Cashew Tree Gum Exudate. *Phytochemistry* 30, 1431–1433.
- Martinez, M., 2008.** Dossier insectes xylophages. Les insectes xylophages : qui sont-ils ? que mangent-ils ? PHM. *Revue Horticole*. N° 508, pp.11-13.
- Mateo, J.J., Mateo, R., Jimenez, M., 2002.** Accumulation of type A trichothecenes in maize, wheat and rice by *Fusarium sporotrichioides* isolates under diverse culture conditions. *International Journal of Food Microbiology* 72, 115–123.
- Mathe, C., Culioli, G., Archier, P., Vieillescazes, C., 2004.** Characterization of archaeological frankincense by gas chromatography–mass spectrometry. *Journal of Chromatography A* 1023, 277–285.
- Mathe, C., Archier, P., Nehme, L., Vieillescazes, C., 2009.** The study of nabataean organic residues from Madâ'in Sâlih, ancient hegra, by gas chromatography–mass spectrometry. *Archaeometry* 51, 626–636.
- Matsuda, H., 1987.** Preparation and utilization of esterified woods bearing carboxyl groups. *Wood Science and Technology* 21, 75–88.
- Medzegue, M.J., 2007.** Etude comparative des bois d'Okoumé (*Aucoumea klaineana* P.) issus des plantations et de la forêt naturelle : anatomie, durabilité naturelle. Thèse de doctorat : Université de Bordeaux 1 (France).

Bibliographie

- Melber, C., Kielhorn, J., Mangelsdorf, I., 2004.** Coal Tar Creosote (Concise international chemical assessment document; 62). WHO Library Cataloguing-in-Publication Data.
- Meyer, L., Brischke, C., Pilgard, A., 2012.** Modified timber in various above ground exposures- durability and moisture performance. In: Proceeding of the 6th European Conference on Wood Modification. Eds. Hill, C.A.S, Militz, H., Pohleven, F. Ljubljana, Slovenia.
- Mills, J.S., White, R., 1977.** Natural resins of art and archaeology their sources, chemistry, and identification. *Studies in conservation* 22, 12–31.
- Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du développement Durable et de la Mer. 2010.** La protection des bâtiments neufs contre les termites et les autres insectes xylophages. Paris : MEEDDM. 40 p.
- Minkue, S., 2000.** Etude chimique des substances extractibles d'Okoumé. Master : Université de Laval (Canada).
- Mishra, A.K., Dubey, N.K., 1994.** Evaluation of some essential oils for their toxicity against fungi causing deterioration of stored food commodities. *Appl. Environ. Microbiol.* 60, 1101–1105.
- Moore, G.R., Garges, L.D., Blankenhorn, P.R., Kline, D.E., 2007.** Effect of epoxy impregnation on the MOE and MOR of intact and failed yellow-poplar (*Liriodendron tulipifera* L.) sapwood beams. *Wood and fiber science* 16, 508–517.
- Morin, P., Gunther, C., Peyron, L., Richard, H., 1985.** Study of the physical and chemical phenomena involved in steam distillation. *Bulletin de la Société Chimique de France* 921–930.
- Mounanga T.K., Gerardin P., Poaty B., Perrin D., Gerardin C., 2008.** Synthesis and properties of antioxidant amphiphilic ascorbate salts. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 318(1-3), 134–140–211.
- Mpiana, P.T., Tchibangu, D.S.T., Shetonde, O.M., Ngbolua, K.N., 2007.** *In vitro* antidrepanocytary activity (anti-sickle cell anemia) of some congolese plants. *Phytomedicine*, 14 (2-3), 192-195. [https:// doi.org/10.1016/j.phymed.2006.05.008](https://doi.org/10.1016/j.phymed.2006.05.008).

Bibliographie

- Nagawa, C., Böhmendorfer, S., Rosenau, T., 2015.** Chemical composition and anti-termitic activity of essential oil from *Canarium schweinfurthii* Engl. Industrial Crops and Products 71, 75–79. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.03.078>.
- Nakayama, F.S., Vinyard, S.H., Chow, P., Bajwa, D.S., Youngquist, J.A., Muehl, J.H., Krzysik, A.M., 2001.** Guayule as a wood preservative. Industrial crops and products 14, 105–111.
- Nabors M.W., 2009.** Biologie végétale. Structures, fonctionnement, écologie et biotechnologies. Traduction de Sallés G. Pearson Education France, Paris.
- Navi, P., Heger, F., 2005.** Comportement thermo-hydromécanique du bois : Applications technologiques et dans les structures. PPUR presses polytechniques.
- NF X41-569. 2014.** Wood preservatives - Laboratory method for obtaining samples for analysis to measure losses after washing with water or synthetic seawater.
- Nicolas, J.F., Chamchick, N., Thivolet, J., Wijdenes, J., Morel, P., Revillard, J.P., 1991.** CD4 antibody treatment of severe psoriasis. The Lancet 338, 321.
- Njoukam, R., 1998.** L'arbre aux fruits noirs : l'Aiélé. Le Flamboyant 46, 11–15.
- Nussbaum, R.M., 1994.** Penetration of water-borne alkyd emulsions and solvent-borne alkyds into wood. Holz als Roh-und Werkstoff 52, 389–393.
- Obame, L.-C., Koudou, J., Chalchat, J.-C., Bassolé, I., 2007.** Volatile components, antioxidant and antibacterial activities of *Dacryodes buettneri* H. J. Lam. essential oil from Gabon. Sci. Res. Essays 5.
- Obame, L.C., Koudou, J., Kumulungui, B.S., Bassolé, I.H., Edou, P., Ouattara, A.S., Traoré, A.S., 2007.** Antioxidant and antimicrobial activities of *Canarium schweinfurthii* Engl. Essential oil from Centrafrican Republic. African Journal of Biotechnology 6.
- Obame Engonga, L.-C., Edou Engonga, P., Bassolé, I.H.N., Koudou, J., Agnanié, H., Eba, F., Traore, A.S., 2008.** Chemical composition, antioxidant and antimicrobial properties of the essential oil of *Dacryodes edulis* (G. Don) H. J. Lam from Gabon. African Journal of Microbiology Research 148–152.

Bibliographie

- Onuorah, E.O., 2000.** The wood preservative potentials of heartwood extracts of *Milicia excelsa* and *Erythrophleum suaveolens*. *Bioresour. Technol.* 75, 171–173. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(99\)00165-0](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(99)00165-0).
- Osipitan, A.A., Oseyemi, A.E., 2012.** Evaluation of the Bio-insecticidal Potential of Some Tropical Plant Extracts Against Termite (*Termitidae:Isoptera*) in Ogun State, Nigeria - SciAlert Responsive Version. *Journal of Entomology* Volume 9, 257–265. <https://doi.org/10.3923/je.2012.257.265>.
- Özmen, N., Çetin, N.S., 2002.** The effect of chemical modification on the strength of wood and bonded wood joints. *European polymer journal* 38, 1483–1486.
- Pal, M., Kumar, R., Tewari, S.K., 2011.** Anti-termite activity of essential oil and its components from *Myristica fragrans* against *Microcerotermes beelsoni*. *Journal of applied sciences and environmental management* 15, 559–561.
- Palanti, S., Susco, D., 2004.** A new wood preservative based on heated oil treatment combined with triazole fungicides developed for above-ground conditions. *International biodeterioration & biodegradation* 54, 337–342.
- Park, I.K., Shin, S.C., 2005.** Fumigant activity of plant essential oils and components from garlic (*Allium sativum*) and clove bud (*Eugenia caryophyllata*) oils against the Japanese termite (*Reticulitermes speratus* kolbe). *J. Agric. Food Chem.* 53, 4388–4392. <https://doi.org/10.1021/jf050393r>.
- Parsons, I.C., Gray, A.I., Waterman, P.G., Lavaud, C., Massiot, G., 1991.** Seco ring-A triterpene acids from the resin of *Dacryodes normandii*. *Phytochemistry* 30, 1221–1223.
- Peraza-Sánchez, S.R., Salazar-Aguilar, N.E., Peña-Rodríguez, L.M., 1995.** A new triterpene from the resin of *Bursera simaruba*. *Journal of natural products* 58, 271–274.
- Pharmacognosie, B.J., 1999.** *Phytochimie, plantes médicinales. Revue et Augmentée, Tec & Doc, Paris.*
- Pibiri, M.C., 2006.** Assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles. Thèse de doctorat n°3311 : Ecole Polytechnique fédérale de Lausanne (France).

Bibliographie

- Pignolet, O., 2008.** Optimisation de la durabilité de bois d'œuvre (classe d'emploi 4) à l'aide d'anhydrides alkényles succiniques d'origine végétale Thèse de doctorat : Université de Toulouse (France).
- Pizzi A., Baecker A., 1996.** A new boron fixation mechanism for environmentally friendly wood preservatives. *Holzforschung*, 50, 507–510.
- Pommer, E.-H., Jaetsch, T., 2000.** Wood, Preservation. *Ullmann's Encyclopedia of industrial Chemistry*.
- Pourtier, R., 2004.** Atlas du Gabon. Editions du Jaguar. p. 74. hal-00323034.
- Proietti, G., Strappagheti, G., Corsano, S., 1981.** Triterpenes of *Boswellia frereana*. *Planta Med*, 41 (4): 417.
- Ramel, A. 2014.** Les insectes. Petit cours illustré d'entomologie. <http://aramel.free.fr/>.
- Ramos, M.V., Grangeiro, T.B., Freire, E.A., Sales, M.P., Souza, D.P., Araújo, E.S., Freitas, C.D., 2010.** The defensive role of latex in plants: detrimental effects on insects. *Arthropod-Plant Interactions* 4, 57–67.
- Raponda-Walker, A., Sillans, R., 1961.** Les plantes utiles du Gabon : Essai d'inventaire et de concordance des noms vernaculaires et scientifiques des plantes spontanées et introduites. Description des espèces, propriétés, utilisations. Paul Lechevalier. ed. Fondation Raponda-Walker. Sépia. Centre Culturel Saint-Exupéry, 12 rue de Tournon Paris-VIe.
- Rayzal, M., 2002.** Préservation du bois. Guide d'emploi des normes. Paris : AFPB et CTBA, 129 p.
- Reinprecht L., 2010.** Fungicides for Wood Protection - World Viewpoint and Evaluation/Testing in Slovakia, *Fungicides*, Odile Carisse (Ed.), ISBN: 978-953-307-266-1, InTech, Available from: <http://www.intechopen.com/books/fungicides/fungicides-for-wood.protection-worldviewpoint-and-evaluationtesting-in-slovakia>.
- Ringman, R., Pilgard, A., Brischke, C., Richter, K., 2014.** Mode of action of brown rot decay resistance in modified wood: a review. *Holzforschung*, 68(2):239-246.

Bibliographie

- Ripa, R., Castro, L., 2000.** Presencia de la termita subterránea *Reticulitermes santonensis* de Feytaud (*Isoptera*: Rhinotermitidae) en la comuna de Quillota, in: XXII Chilean Congress of Entomology, Valdivia.
- Risi, J., Arseneau, D.F., 1957.** Dimensional stabilization of wood:(Part 1). Forest products journal 7, 210–213.
- Rowell, R., 1984.** The chemistry of solid wood. The chemistry of solid wood.
- Rowell, R.M., 2012.** Handbook of wood chemistry and wood composites. CRC press.
- Rowell, R.M., 2005.** 14 Chemical Modification of Wood. Handbook of wood chemistry and wood composites 381.
- Rowell, R.M., Gutzmer, D.I., 1975.** Chemical modification of wood: reactions of alkylene oxides with southern yellow pine. Wood science 7, 240–246.
- Rüdiger A.L. and Veiga-Junior V.F., 2013.** Chemodiversity of Ursane-and Oleanane-Type Triterpenes in Amazonian Burseraceae Oleoresins. Chemistry & Biodiversity, 10(6), 1142-1153.
- Russo M., Galletti G., Bocchini P & Garnacini A., 1998.** Essential oil chemical of composition of wild populations of Italian spice (*Origanum vulgare* ssp. *Hirtum* Link): a preliminary evaluation of their use in chemotaxonomy by cluster analysis. J. Agric. Food Chem., 94 (956), p.241-250.
- Sakasegawa, M., Hori, K., Yatagai, M., 2003.** Composition and antitermite activities of essential oils from *Melaleuca* species. J. Wood Sci. 49, 181–187. <https://doi.org/10.1007/s100860300029>.
- Salman, S., 2017.** Développement de nouvelles méthodes de préservation du bois basées sur l'utilisation combinée d'un traitement thermique et de borax. Thèse de doctorat : Université de Lorraine (France).
- Santiago-Blay, J., Lambert, J., 2007.** Aux sources de l'ambre. American Scientist. N°356, p.70-75.
- Schloesing, T., 1925.** Chemistry of vegetable physiology and agriculture. J. Chem. Soc., 1901, 80, B31-B38. Doi:10.1039/CA9018005031.

Bibliographie

- Schultz, T.P. and Nicholas D.D., 2002.** Development of environmentally-benign wood preservatives based on the combination of organic biocides with antioxidants and metal chelators. *Phytochemistry*, 61(5), 555–560.
- Schultz T.P., Nicholas D.D., Prewitt M.L., 2004.** Environmentally-benign wood preservatives based on an organic biocide: antioxidant combination: Ground-contact efficacy ratings and BHT depletion after four years of exposure. *Holzforschung*, 58(3), 300-304.
- Schultz, T.P., Nicholas, D.D., Kirker, G.T., Prewitt, M.L., Diehl, S.V., 2006.** Effect of the antioxidant BHT on reducing depletion of chlorothalonil in treated wood after 54 months of ground-contact exposure. *International biodeterioration & biodegradation* 57, 45–50.
- Schultz, M.P., 2007.** Effects of coating roughness and biofouling on ship resistance and powering. *Biofouling* 23, 331–341. <https://doi.org/10.1080/08927010701461974>.
- Schultz T.P. and Nicholas D.D., 2011.** Efficacy of two organic biocides with co-added antioxidants. *Holzforschung*, 65(5), 771–773.
- Senatore F., 1996.** Influence of harvesting time on yield and composition of the essential oil of a thyme (*Thymus pulegioides* L.) growing wild in Campania (southern Italy). *J. Agric. Food Chem.*, 44, 1327-1332.
- Senterre, B., 2005.** Recherches méthodologiques pour la typologie de la végétation et la phytogéographie des forêts denses d’Afrique tropicale. *Acta botanica gallica* 152, 409–419.
- Serier, J.-B., 1986.** Les sécrétions d’arbres. *Bois et forêts des tropiques* 33–39.
- Siani, A.C., Nakamura, M.J., Tappin, M.R.R., Monteiro, S.S., Guimaraes, A.C., Ramos, M.F.S., 2012.** Chemical Composition of South American Burseraceae Non-volatile Oleoresins and Preliminary Solubility Assessment of their Commercial Blend. *Phytochem. Anal.* 23, 529–539. <https://doi.org/10.1002/pca.2351>.
- Silou, T., 1996.** Le Safoutier (*Dacryodes edulis*) : un arbre mal connu. *Fruits* 51, 47–60.

Bibliographie

- Siramon P., Ohtani Y., Ichiura H., 2009.** Biological performance of *Eucalyptus camaldulensis* leaf oils from Thailand against the subterranean termite *Coptotermes formosanus* Shiraki. *J. Wood Sci*, 55, 41-46.
- Sivonen, H., Maunu, S.L., Sundholm, F., Jämsä, S., Viitaniemi, P., 2002.** Magnetic resonance studies of thermally modified wood. *Holzforschung* 56, 648–654.
- Sjöstrom, E., 1993.** Wood chemistry: fundamentals and applications. Gulf professional publishing.
- Sogabe, A., Kinjo, K., Abe, F., Yamauchi, T., Yaga, S., 2000.** Termiticidal substances from the heartwood of *Cryptomeria japonica* D. Don. *Mokuzai Gakkaishi* 46, 124–131.
- Sonwa, D.J., Okafor, J.C., Buyungu, P.M., Weise, S.F., Tchatat, M., Adesina, A.A., Nkongmeneck, A.B., Ndoye, O., Endamana, D., 2002.** *Dacryodes edulis*, a neglected non-timber forest species for the agroforestry systems of West and Central Africa. *Forests, Trees and Livelihoods* 12, 41-55.
- Stamm, A.J., Tarkow, H., 1947.** Dimensional stabilization of wood. *The Journal of Physical Chemistry* 51, 493–505.
- Stevanovic, T. 2007.** Le monde merveilleux des extractibles du bois. Les midis de la Foresterie-Chaire en aménagement forestier durable.
- Susunaga, G.S., Siani, A.C., Pizzolatti, M.G., Yunes, R.A., Delle Monache, F., 2001.** Triterpenes from the resin of *Protium heptaphyllum*. *Fitoterapia* 72, 709–711.
- Suttie, Ed.D., Hill, C.A., Jones, Denni., Orsler, R.J., 1998.** Chemically modified solid wood. I. Resistance to fungal attack. *Material und Organismen* 32, 159–182.
- Tabuna, H., & Tanoë, M., 2009.** Facteurs explicatifs et développement de la consommation actuelle du Safou (*Dacryodes edulis*) au Cameroun. World Agroforestry Centre. <https://new.worldagroforestry.org/publication/facteurs-explicatifs-et-developpement-de-la-consommation-actuelle-du-safou-dacryodes>.
- Takahashi, M., Imamura, Y., Tanahashi, M., 1989.** Effect of acetylation on decay resistance of wood against brown rot, white rot and soft rot fungi, in: International Congress of

Bibliographie

- Pacific Basin Societies, Agrochemistry, Sub-Symposium on Chemical Modification of Lignocellulosic Materials—Chemical Reactions, Hawaii.
- Tanaka, H., Itakura, S., Enoki, A., 1999.** Hydroxyl radical generation by an extracellular low-molecular-weight substance and phenol oxidase activity during wood degradation by the white-rot basidiomycete *Trametes versicolor*. *Journal of Biotechnology* 75, 57–70.
- Tarkow, H., 1959.** A new approach to the acetylation of wood. US Forest Service, Forest Products Laboratory.
- Tchamdja, K.M., 1995.** Etude de performance d'un extracteur artisanal pour la production d'essence de citronnelle. Mémoire d'ingénieur des travaux biologiques, ESTBA, UB.
- Tchiégang, C., Noutchogoue, V.K., Kapseu, C., Parmentier, M., 2001.** Influence du temps, de la température et des conditions de stockage sur le ramollissement des fruits de l'Aiéélé (*Canarium schweinfurthii* Engl.). *Journal of food engineering* 47, 63–68.
- Tchouamo, I.R., Tchoumboué, J., Pinta, J.Y., Njoukam, R., 2000.** L'Aiéélé (*Canarium Schweinfurthii* Engl.) : plante oléagineuse à usages multiples en Afrique. *Rivista Italiana delle Sostanze Grasse* 77, 677–680.
- Tedonkeng, P.E., Zollo, P.A., Tendonkeng, F., Kana, J.R., Fongang, M.D., Tapondjou, L.A., 2004.** Composition chimique et effet acaricide des huiles essentielles des feuilles de *Chromolaena odorata* King and Robins et d'*Eucalyptus saligna* Smith sur les tiques (*Rhipicephalus lunulatus* Neumann) de la chèvre naine de Guinée dans l'Ouest-Cameroun. *Livestock Research for Rural Development* 16, 1–9.
- Tessier, A.M., P. Delaveau, N. Piffault, 1982.** Oléorésines d'*Aucoumea klaineana* : I-Triterpènes neutres et acides. *Planta Medica*, (44): 215-217.
- Timell, T.E., 1967.** Recent progress in the chemistry of wood hemicelluloses. *Wood Science and Technology* 1, 45–70.
- Tingaut, P., Weigenand, O., Miltz, H., De Jéso, B., Sèbe, G., 2005.** Functionalisation of wood by reaction with 3-isocyanatopropyltriethoxysilane: Grafting and hydrolysis of the triethoxysilane end groups. *Holzforschung* 59, 397–404.

Bibliographie

- Tjeerdsma, B.F., Boonstra, M., Pizzi, A., Tekely, P., Militz, H., 1998.** Characterisation of thermally modified wood: molecular reasons for wood performance improvement. *Holz als Roh-und Werkstoff* 56, 149.
- Tjeerdsma, B.F., Swager, P., Horstman, B.J., Holleboom, B.W., Homan, W.J., 2005.** Process development of treatment of wood with modified hot oil, in: *European Conference on Wood Modification*.
- Todou, G., Doumenge, C., 2008.** *Dacryodes buettneri* (Engel) HJ Lam. *Plant Resources of Tropical Africa (PROTA): Timbers* 7, 203–207.
- Tondi G., Thevenon M.F., Mies B., Standfest G., Petutschnigg A., Wieland S., 2013.** Impregnation of Scots pine and beech with tannin solutions: effect of viscosity and wood anatomy in wood infiltration. *Wood Science and Technology*, 47(3), 615–626.
- Torres, P., Avila, J.G., de Vivar, A.R., Garcia, A.M., Marin, J.C., Aranda, E., Cespedes, C.L., 2003.** Antioxidant and insect growth regulatory activities of stilbenes and extracts from *Yucca periculosa*. *Phytochemistry* 64, 463–473. [https://doi.org/10.1016/S0031-9422\(03\)00348-0](https://doi.org/10.1016/S0031-9422(03)00348-0).
- Townsend, T.G., Solo-Gabriele, H., 2006.** *Environmental impacts of treated wood*. CRC press.
- Troupin, G., 1950.** Les Burseraceae du Congo belge et du Ruanda-Urundi. *Bulletin de la Société Royale de Botanique de Belgique/Bulletin van de Koninklijke Belgische Botanische Vereniging* 83, 111–128.
- Van, M., 1996.** *Pratique bois, Attaque du bois. Fiche technique* 3–4.
- Valnet, J., 1966.** *Aromathérapie, traitement des maladies par les essences des plantes*. Agris.fao.org
- Vassal, J., 1972.** Apport des recherches ontogéniques et sémiologiques à l'étude morphologique, taxonomique et phylogénique du genre *Acacia*. *Toulouse Soc Hist Natur Bull*.
- Veiga, V.F., Pinto, A.C., 2002.** O gênero *copaifera* L. *Química nova* 25, 273–286.

Bibliographie

- Verheij, E.W.M., 2002.** *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J Lam. PROTA (Plant Resources of Tropical Africa/Ressources végétales de l'Afrique tropicale), Wageningen, Netherlands. < <http://www.prota4u.org/search.asp>.
- Verma, M., Sharma, S., Prasad, R., 2009.** Biological alternatives for termite control: A review. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 63, 959-972. <https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2009.05.009>.
- Vivien, J.J., Faure, J.-J., 1985.** Arbres des forêts denses d'Afrique centrale.
- Voda, K., Boh, B., Vrtačnik, M., Pohleven, F., 2003.** Effect of the antifungal activity of oxygenated aromatic essential oil compounds on the white-rot *Trametes versicolor* and the brown-rot *Coniophora puteana*. *International biodeterioration & biodegradation* 51, 51–59.
- Voyé, L., 2009.** Des simples à l'essentiel. De l'herboristerie à l'aromathérapie, pratiques et représentations des plantes médicinales coll. « Les Anthropologiques ». JSTOR.
- Wang, S.-Y., Chen, P.-F., Chang, S.-T., 2005.** Antifungal activities of essential oils and their constituents from indigenous cinnamon (*Cinnamomum osmophloeum*) leaves against wood decay fungi. *Bioresource technology* 96, 813–818.
- De Wasseige, C., De Marcken, P., Bayol, N., Hiol Hiol, F., Mayaux, P., Desclée, B., Billand, A., Nasi R., 2012.** Les forêts du Bassin du Congo : Etat des forêts 2010. Luxembourg : Office des publications de l'Union européenne, 274 p. ISBN 978-92-79-22717-2. <http://dx.doi.org/10.2788/48830>.
- Weigenand, O., Militz, H., Tingaut, P., Sebe, G., de Jeso, B., Mai, C., 2007.** Penetration of amino-silicone micro-and macro-emulsions into Scots pine sapwood and the effect on water-related properties. *Holzforschung* 61, 51–59.
- WEI-IEO, "Wood European Industry".** [En ligne]. Disponible sur : <http://www.wei-ieo.org>.
- Westin, M., Rapp, A.O., 2005.** Resistance of Modified Wood to Marine Borers.: Results from a Five year Field Test according to EN 275, in: The Second European Conference on Wood Modification, Göttingen, DE.
- Whistler, R.L., 1993.** Exudate gums, in: *Industrial Gums*. Elsevier, pp. 309–339.

Bibliographie

- White, L., Abernethy, K., Oslisly, R., Maley, J., 1996.** L'Okoumé (*Aucoumea klaineana*) : expansion et déclin d'un arbre pionnier en Afrique centrale au cours de l'Holocène.
- Yang, V.W., Clausen, C.A., 2006.** Moldicidal properties of seven essential oils. Stockholm, Sweden: IRG Secretariat, 2006: IRG/WP; 06-30404: 12 pages.
- Zakzeski, J., Bruijninx, P.C., Jongerius, A.L., Weckhuysen, B.M., 2010.** The catalytic valorization of lignin for the production of renewable chemicals. *Chemical reviews* 110, 3552–3599.
- Zerriaa, A., 2016.** Etude de faisabilité d'une approche technologique innovante : Fonctionnalisation du bois par ajout de particules transportées par jet d'azote. Thèse de doctorat : Université de Lorraine (France).
- Zrira S. & Bejlali B., 1991.** Effect of drying on leaf oil production of *Moroccan Eucalyptus camaldulensis*. *J. Ess. Oil Res.* 3, p.117-119.
- Zrira S. & Bejlali B., 1992.** Essential oils of twenty-seven *Eucalyptus* species grown in Morocco. *J. Ess. Oil Res.* 4, p.259-264.

Résumé

Ce travail évalue l'apport des trois fractions (RB, RP et HE) d'Ak, Cs, Db et De du Gabon dans la préservation. Pour cela, une analyse chimique par GC/MS des trois fractions a d'abord été faite, ensuite l'étude de leurs activités antifongique et antitermite, enfin l'étude de leurs effets dans la protection des blocs de bois suite aux attaques des agents de dégradation. Les résultats des analyses chimiques montrent que les HE sont constitués des monoterpènes et de monoterpénoïdes, alors que les RB et RP sont composés d'un mélange de monoterpènes, de monoterpénoïdes et de triterpènes. Les tests biologiques de ces dernières vis-à-vis de PP, CP, CV et PS, montrent une faible activité antifongique, mais montrent une forte activité antitermite. Ces fractions améliorent la durabilité du bois contre les champignons à 20%, et une bonne résistance aux blocs de bois vis-à-vis des termites. Ces dernières associées au Tébuconazole, augmentent la résistance du bois face aux agents de dégradation du bois. Leurs caractères lessivables sont clairement mis en évidence.

Mots-clés : Résine ; *A. klaineana* ; *C. schweinfurthii* ; *D. buettneri* ; *D. edulis* ; antitermite ; antifongique ; huiles essentielles

Abstract

This work evaluates the contribution of the three fractions (RR, PR and EO) of Ak, Cs, Db and De from Gabon to preservation. For that purpose, a chemical analysis by GC/MS of the three fractions was first made, then the study of their antifungal and antitermite activities, and finally the study of their effects in the protection of wood blocks following the attacks of the degradation agents. The results of the chemical analyses show that the HE are made up of monoterpenes and monoterpeneoids, whereas the RB and RP are made up of a mixture of monoterpenes, monoterpeneoids and triterpenes. Bioassays of the latter against PP, CP, CV and PS show low antifungal activity, but show high antitermite activity. These fractions improve the durability of the wood against fungi by 20%, and a good resistance of the wood blocks against termites. The latter, associated with Tebuconazole, increase the resistance of wood against wood degradation agents. Their leachable characteristics are clearly highlighted.

Keywords: Resin; *A. klaineana*; *C. schweinfurthii*; *D. buettneri*; *D. edulis*; antitermite; antifungal; essential oils

