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

En codirection présentée et soutenue publiquement pour l'obtention du grade de

DOCTEUR/PhD DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE (FRANCE)

Ecole doctorale Sciences et Ingénierie des Molécules, des Produits, des Procédés, et de l'Énergie (SIMPPÉ)

Spécialité : Sciences du Bois et des Fibres

Par

MEYO DEGBOEVI Henri

****

Variabilité intra spécifique de la composition chimique des connexes issus de la première transformation du bois de différentes essences gabonaises et valorisations chimiques potentielles

****

Soutenue publiquement le, 12/10/2020
Devant la commission d'examen formée de :

Rapporteurs :

Tatjana **STEVANOVIC JANEZIC** Professeur, Université Laval, Québec

Fatima Charrier - **EL BOUHTOURY** Maître de conférences HDR, Université de Pau et des Pays de l'Adour

Examinateurs :

Kevin **CANDELIER** Chercheur, CIRAD, Montpellier

Prosper **EDOU ENGONGA** Maître de conférences CAMES, ENS Libreville, Co-Directeur de thèse

Christine **GERARDIN** Professeur, Université de Lorraine, Co-Directrice de thèse

Philippe **GERARDIN** Professeur, Université de Lorraine, Directeur de thèse

LERMAB, EA 4370, Université de Lorraine, Faculté des Sciences et Technologies, Vandœuvre-lès-Nancy, France

Remerciements

Je remercie le Professeur Prosper EDOU ENGONGA, pour ses conseils mais aussi pour avoir permis l'échange entre le Professeur Philippe GERARDIN pour le stage de mon master qui a conduit par la suite à ce projet de thèse.

J'adresse mes sincères remerciements à Tatjana STEVANOVIC, Professeur de l'Université de Laval, Québec au Canada et Fatima Charrier EL BOUHTOURY Maître de conférences HDR à l'Université de Pau et des Pays de l'Adour pour avoir accepté d'être rapporteur de ce travail. A Kevin CANDELIER Chercheur au CIRAD, Montpellier pour avoir accepté d'être examinateur et membre du jury.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements au Professeur Philippe GERARDIN responsable du LERMAB et la Professeure Christine GERARDIN-CHARBONNIER, responsable de l'école doctorale pour m'avoir accueilli et permis de réaliser ce travail. Je tiens à leur exprimer toute ma reconnaissance pour leur disponibilité, l'intérêt qu'ils ont accordé à mon travail, mais aussi pour leurs encouragements qui m'ont permis de continuer ce travail de thèse malgré les nombreux découragements et doutes durant ces années.

Je remercie toute l'équipe du LERMAB, à savoir Le Professeur Stéphane DUMARCAIS, Firmin OBOUNOU et Béatrice GEORGE tous deux Maîtres de Conférences à l'Université de Lorraine, Nicolas HOUSSEMENT, Laëtitia MOURITANY, Corinne COURTEHOUX, pour leur disponibilité au laboratoire en toutes situations.

Je tiens à remercier également les membres de ma famille, Honorine DEGBOEVI, Hélène BILOGHE, Rosine N'NO, Patricia ADA, Alpha MEYO, Flore MEYO-MENIE, Adolphe BRAH et Achille DEGBOEVI pour leur soutien et encouragements depuis le Gabon avec les appels et messages reçus de leur part. Mais aussi Evelyne, Evlyne et Nicole AMEGBO mes petites sœurs sans oublier ma maman Mme AKOLLOR ATIALO Hanou éps AMEGBO depuis le Togo.

Je remercie mes collègues de bureau et laboratoire, Mahdi MUBAROK, Christ BOPENGA BOPENGA, Walter BEDOUNGUINZI, pour les échanges sur les manipulations mais aussi sur des sujets de la vie en générale.

Je remercie mes promotionnaires d'années de thèse avec qui j'ai souvent participé à des colloques et séminaires mais aussi passé des week-ends : Sébastien NGOUA OBAME, Saint Bickolard MABIKA IWANGOU, Jean-Léon ZUE ONDO, Anris Starlyn Peguy ENGOZOGO, Arsène BIKORO BIATHOMO, Cédric Horphé NDONG BIDZO et Claude Feldman PAMBOU NZIENGUI.

Je remercie Mme Reine OYE MOTO pour ses encouragements depuis mon arrivée en stage de Master jusqu'à la fin de ma thèse, mais aussi son compagnon M. Vincent OUIDOT avec qui j'ai eu des discussions enrichissantes.

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS……..1
SOMMAIRE……..3
LISTES DES TABLEAUX……..….6
LISTES DES FIGURES… ……... ……...8
INTRODUCTION…… …. 11
1 Rappel sur le matériau bois.....16
1.1 Structure et anatomie du bois.....16
1.2 Composition chimique du bois.....18
1.2.1 La cellulose.....18
1.2.2 Les hémicelluloses.....19
1.2.3 La lignine.....20
1.2.4 Extractibles.....21
1.2.5 Terpènes et terpènoïdes.....21
1.2.6 Cires et graisses.....22
1.2.7 Composés phénoliques.....22
1.3 Agents biologiques d'altération du bois.....29
1.3.1 Champignons.....30
1.4 Etat de l'art des quinze essences de bois les plus exploités au Gabon.....33
1.4.1 Bilinga (*Nauclea diderrichii*).....33
1.4.2 Kévazingo (*Guibourtia tessmannii*).....34
1.4.3 Azobé (*Lophira alata*).....35
1.4.4 Dabéma (*piptaniastrum africanum*).....36
1.4.5 Iroko (*Milicia excelsa*).....37
1.4.6 Moabi (*Baillonella toxisperma*).....38
1.4.7 Padouk (*Pterocarpus soxauxii*).....39
1.4.8 Okan (*Cylicodiscus gabunensis*).....40
1.4.9 Movingui (*Distemonathus benthamianus*).....41
1.4.10 Avodire (*Turraeanthus africanus*).....41
1.4.11 Dibetou (*Lovoa trichilioides*).....42
1.4.12 Ebene d'Afrique (*Diospyros crassiflora/mespiliformis*).....43
1.4.13 Tali (*Erythrophleum ivorense*).....43
1.4.14 Acajou (*Khaya ivorensis*).....44
1.4.15 Olon (*Zanthoxylum heitzii*).....45

1.5 La chimie du bois....47
2 Extractions, quantifications et caractérisation des extraits....49
2.1 Matériels et Méthodes....49
2.1.1 Matériels....**Erreur ! Signet non défini.**
2.1.2 Méthodes (Extraction des sciures)....49
2.2 Caractérisation des extractibles à la Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS)....52
2.3 Quantification des phénols totaux dans les extractibles....53
2.4 Résultats et Discussions....55
2.4.1 Comparaison des taux d'extraits obtenus au Soxhlet et au Dionex....55
2.4.1.1 Extractions successives....55
2.4.1.2 Extraction en parallèle....59
2.4.1.3 Caractérisation des extraits à la GC-MS....60
2.4.1.3.1 Azobé....60
2.4.1.3.2 Tali....63
2.4.1.3.3 Dabéma....67
2.4.1.3.4 Iroko....70
2.4.2 Détermination des teneurs en phénol totaux....74
3 Evaluation des propriétés antifongiques, antioxydants et antibactériens des extraits....77
3.1 Matériels et Méthodes....77
3.1.1 Test d'inhibition fongique....77
3.1.2 Evaluation de l'activité antioxydante....79
3.1.3 Test antibactérien....79
3.2 Résultats et Discussion....80
3.2.1 Propriétés antifongiques....80
3.2.1.1 Comparaison des différents extraits obtenus à l'éthanol....83
3.2.1.2 Comparaison des différents extraits obtenus avec le mélange eau/éthanol....85
3.2.1.3 Comparaison des différents extraits obtenus avec l'eau....87
3.2.2 Propriétés antioxydantes....90
3.2.3 Propriétés antibactériennes....93
4 Evaluation des extraits comme colorant naturel pour teindre du coton....100
4.1 Matériels et Méthodes....100
4.2.1 Spectroscopie infrarouge....101
4.2.2 Spectroscopie UV-Vis....101
4.2.4 Caractérisation des supports teints....102
4.3 Protocoles pour tester la résistance de la teinture....103

4.4 Résultats et Discussions....104
4.4.1 Caractérisations des extraits....104
4.4.2 Détermination du taux d'extraits par gravimétrie....104
4.4.3 Spectroscopie infra-rouge....105
4.4.4 Application teinture....107
4.4.4.1 Influence des conditions d'extraction....107
4.4.4.2 Teinture en présence ou non de mordants....109
4.4.4.2.1 Systèmes à l'eau....109
4.4.4.2.2 Systèmes extraits à la soude....112
4.4.4.3 Comparaison des systèmes aqueux et alcalin....114
4.4.4.4 Résistance des teintures au lavage....115
4.4.4.4.1 Cas des systèmes sans mordants....115
4.4.4.4.2 Cas des systèmes avec mordants....119
4.4.4.5 Stabilité des teintures aux rayonnements UV....125
4.4.4.5.1 Cas des systèmes sans mordants....125
4.4.4.5.2 Cas des systèmes avec mordants....129
5 Evaluation de la propriété gélifiante de la chlorophorine de l'extrait d'Iroko (*Milicia excelsa*) .138
5.1 Matériels et Méthodes....138
5.1.1 Test de gélification....139
5.1.2 Température de dégélification....139
5.2 Résultats et Discussions....140
5.2.1 Tests de gélification....140
5.2.2 Température de dégélification....141

CONCLUSION....144
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES....146
RESUME....155
ABSTRACT....157

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Taux d'extraits des différents compartiments d'Azobé 55

Tableau 2 : Taux d'extraits des différents compartiments du Tali 56

Tableau 3 : Taux d'extraits des différents compartiments du Dabéma 57

Tableau 4 : Taux d'extraits des différents compartiments de l'Iroko 57

Tableau 5 : Teneur en extrait des quatre essences au Soxhlet 59

Tableau 6 : Composés identifiés dans les extraits éthanoliques des différents compartiments de l'Azobé 62

Tableau 7 : Composés identifiés dans les extraits éthanoliques des différents compartiments du Tali 64

Tableau 8 : Composés identifiés dans les extraits eau/éthanol des différents compartiments du Tali 66

Tableau 9: Composés identifiés dans les extraits éthanoliques des différents compartiments du Dabéma 68

Tableau 10: Composés identifiés dans les extraits eau/éthanol d'écorce du Dabéma 69

Tableau 11: Composés identifiés dans les extraits éthanoliques des différents compartiments de l'Iroko 71

Tableau 12: Composés identifiés dans les extraits eau/éthanol de l'aubier et duramen de l'Iroko 73

Tableau 13 : Teneur en phénol totaux (équivalent acide gallique/g d'extraits obtenus au soxhlet des 4 essences étudiées 74

Tableau 14 : Indices antifongiques obtenus avec les différents extraits 81

Tableau 15 : Mesure des propriétés antioxydantes au DPPH à CE_{50} des extraits des différents compartiments des quatre essences étudiées 91

Tableau 16 : Rendements (%) en extraits des quatre essences 104

Tableau 17 : Valeurs des paramètres de couleur des échantillons teints et non teints 107

Tableau 18 : Comparaison de l'effet des mordants avec les colorants aqueux 110

Tableau 19 : Comparaison de l'effet des mordants avec les colorants alcalins 112

Tableau 20 : Résistance de la teinture aqueuse au cours des lavages 115

Tableau 21 : Résistance de la teinture alcaline au cours des lavages 117

Tableau 22 : Effet des mordants sur la fixation de la teinture au cours des lavages pour les échantillons teints avec les colorants aqueux des quatre essences 120
Tableau 23 : Effet des mordants sur la solidité de la teinture au cours des lavages pour les échantillons teints avec le colorant à base de soude des quatre essences 123
Tableau 24 : Stabilité de la teinture aux rayonnements U.V pour des échantillons teints avec les colorants aqueux des quatre essences sans mordant 126
Tableau 25 : Solidité de la teinture aux rayonnements U.V pour des échantillons teints avec les colorants alcalins des quatre essences 128
Tableau 26 : Effet des mordants sur la stabilité de la teinture au cours des expositions aux rayonnements U.V avec le colorant aqueux des quatre essences 130

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Les différents niveaux d'observation du bois (Rousset, 2004) 17

Figure 2 : Structure de la cellulose 19

Figure 3 : Différents sucres constituant les hémicelluloses 20

Figure 4: Les monomères précurseurs de la lignine 20

Figure 5 : Unité d'isoprène 22

Figure 6 : Graisses et cires isolées du bois (Mounguengui, 2008) 22

Figure 7 : Quelques phénols simples isolés du bois 23

Figure 8 : Différentes familles de flavonoïdes 24

Figure 9 : Structures des santalines A,B,Y et AC 25

Figure 10 : Quinones extraites du bois de teck 26

Figure 11 : Isomères de stilbènes et Resvératrol 27

Figure 12 : Lignanes isolés de bois feuillus et de résineux 27

Figure 13 : Structure de l'acide gallique et de ses dimères 28

Figure 14 : Structure des tanins condensés 29

Figure 15 : Exemple de pourriture cubique 32

Figure 16 : Exemple de pourriture blanche 32

Figure 17 : Exemple de pourriture molle 32

Figure 18 : Différentes molécules identifiées dans les extraits du Belinga 34

Figure 19 : Différentes molécules identifiées dans les extraits du Kévazingo 35

Figure 20 : Différentes molécules identifiées dans les extraits de l'Azobé 36

Figure 21 : Différentes molécules identifiées dans les extraits du Dabéma 37

Figure 22 : Différentes molécules identifiées dans les extraits de l'Iroko 38

Figure 23 : Différentes molécules identifiées dans les extraits du Moabi 39

Figure 24 : Différentes molécules identifiées dans les extraits du Padouk 40

Figure 25 : Molécules identifiées dans les extraits de l'Okan 40

Figure 26 : Différentes molécules identifiées dans les extraits Du Movingui 41

Figure 27 : Molécules identifiées dans les extraits de l'Avodire 42

Figure 28 : L'obacunol identifiée dans l'extrait du Dibétou 42

Figure 29 : Molécules identifiées dans les extraits d'Eben d'Afrique 43

Figure 30 : Molécules identifiées dans les extraits du Tali 44

Figure 31 : Methylangolasade identifiée dans l'extrait d'Acajou 45

Figure 32 : Molécules identifiées dans les extraits de l'Olon 46

Figure 33 : Dispositif d'extraction au Soxhlet 50

Figure 34 : Appareil et schéma du système d'extraction accélérée au Dionex (ASE) 51

Figure 35 : Appareil GC-MS 53

Figure 36 : Courbe d'étalonnage : absorbance à 760 nm de différentes concentrations en acide gallique 54

Figure 37 : Taux globaux en fonction des différents compartiments de l'arbre des 4 essences étudiées 58

Figure 38 : Analyse GC-MS des extraits éthanoliques des différents compartiments de l'Azobé 61

Figure 39 : Analyse GC-MS des extraits éthanoliques des différents compartiments du Tali 63

Figure 40 : Analyse GC-MS des extraits eau/éthanol des différents compartiments du Tali 65

Figure 41 : Analyse GC-MS des extraits éthanoliques des différents compartiments du Dabéma 67

Figure 42 : Analyse GC-MS des extraits eau/éthanol des différents compartiments du Dabéma 69

Figure 43 : Analyse GC-MS des extraits éthanoliques des différents compartiments de l'Iroko 70

Figure 44 : Analyse GC-MS des extraits eau/éthanol des différents compartiments de l'Iroko 72

Figure 45 : Schéma de l'évaluation de l'activité antifongique par mesure du diamètre de la croissance du mycélium 78

Figure 46 : Réduction du DPPH par un atome d'hydrogène ou un radical libre 79

Figure 47 : Comparaison de l'efficacité des extraits éthanoliques d'écorce des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor* 83

Figure 48 : Comparaison de l'efficacité des extraits éthanoliques de duramen des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor* 84

Figure 49 : Comparaison de l'efficacité des extraits éthanoliques d'aubier des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor* 84

Figure 50 : Comparaison de l'efficacité des extraits eau/éthanol d'écorce des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor* 85

Figure 51 : Comparaison de l'efficacité des extraits eau/éthanol de duramen des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor* 86

Figure 52 : Comparaison de l'efficacité des extraits eau/éthanol de l'aubier des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor* 87

Figure 53 : Comparaison de l'efficacité des extraits aqueux d'écorce des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana et Trametes Versicolor* 88

Figure 54 : Comparaison de l'efficacité des extraits aqueux de duramen des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor* 88

Figure 55 : Comparaison de l'efficacité des extraits aqueux d'aubier des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana et Trametes Versicolor* 89

Figure 56 : Inhibition de croissance de Trametes *Versicolor* avec extrait d'Azobé 90

Figure 57 : Inhibition de croissance de *Trametes Versicolor* avec extrait de Tali 90

Figure 58 : Inhibition de croissance de *Coniophora Puteana* avec extrait de Dabéma 90

Figure 59 : Inhibition de croissance de *Trametes Versicolor* avec extrait d'Iroko 90

Figure 60 : Comparaison de l'efficacité des extraits d'Azobé 94

Figure 61 : Comparaison de l'efficacité des extraits de Tali 95

Figure 62 : Comparaison de l'efficacité des extraits de Dabéma 96

Figure 63 : Comparaison de l'efficacité des extraits d'Iroko 97

Figure 64 : Espace colorimétrique du système CIE-L*a*b* 102

Figure 65 : Spectres FTIR des extraits secs après lyophilisation des écorces extraites par macération à l'eau 106

Figure 66 : Aspect visuel des échantillons teints avec les colorants issus écorces aqueux et alcalins des quatre essences 109

Figure 67 : échantillons teints avec les colorants aqueux des quatre essences 112

Figure 68 : échantillons teints avec les colorants alcalins des quatre essences 114

Figure 69 : Effet de la concentration de la chlorophorine sur la stabilité thermique des gels 142

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les pays du bassin du Congo ont entrepris depuis plusieurs années une profonde mutation de leurs activités industrielles dans le secteur forêt-bois par l'adoption des codes forestiers qui visent la transformation plus poussée de la matière ligneuse sur leurs territoires nationaux (Jeune Afrique, 2013). Le Gabon situé dans cette zone de l'Afrique Centrale a décidé depuis 2010 l'interdiction de l'exportation des grumes de bois impliquant de transformer localement plus de 75% de la ressource ligneuse. La création de plusieurs unités de transformation de bois sur l'ensemble du territoire a engendré en parallèle la production importante de connexes bois (écorces, chutes de bois, sciures, copeaux…).

Ces résidus de la première transformation du bois sont pour l'essentiel, soit brulés à perte ou utilisés pour alimenter les séchoirs des entreprises, soit tout simplement abandonnés. Cependant, ces résidus pourraient conduire à différents types de valorisations matières supplémentaires comme cela est déjà pratiqué dans certains pays (ICRIQ, 2018). En pleine croissance, une nouvelle filière dite « extractibles » se présente comme une opportunité qui consiste en la valorisation des métabolites secondaires contenus dans la matière lignocellulosique. Celle-ci passe par l'identification des molécules d'intérêt présentes dans les différentes parties du bois (écorce, aubier et duramen) et de leurs gisements potentiels en s'inscrivant dans un contexte d'économie circulaire visant la valorisation des connexes de l'industrie de première transformation du bois. La mise en valeur de ces extractibles permettrait aux acteurs économiques de l'industrie du bois gabonais d'accéder à de nouveaux marchés. La quantité en connexes produits par l'industrie du bois depuis la mesure de l'interdiction d'exportation de grumes non transformées est en net augmentation, bien que peu de données existent pour quantifier ces volumes et que des études seraient nécessaires pour les évaluer plus précisément. Ces biomolécules, à l'état pur ou sous forme d'extraits, peuvent trouver une multitude d'applications dans la formulation de produits pharmaceutiques, cosmétiques, agro-alimentaires et nutraceutiques. La demande mondiale pour diverses molécules naturelles bioactives est en forte progression, en partie suite aux nouvelles tendances de consommation et à la recherche d'alternatives aux molécules issues de la pétrochimie faisant appel à l'utilisation de ressources fossiles. Une visibilité accrue des tendances "vertes" dans les médias et la hausse du nombre de circuits de distribution sont également des facteurs de croissance importants pour ces nouveaux marchés. Depuis l'antiquité, le carbone végétal est connu pour ses propriétés détoxifiantes et purifiantes (Aroma zone, 2018). L'intérêt grandissant de la recherche envers

les molécules naturelles issues des produits végétaux représente une voie privilégiée pour se prémunir dans une large mesure de plusieurs maladies (Mariana Royer et al.,2010).

Les bois des zones tropicales présentent souvent des propriétés technologiques exceptionnelles telles que de très fortes durabilités naturelles généralement liées à un pourcentage élevé en extractibles dans leurs structures, ces substances extractibles étant dotées de nombreuses propriétés bioactives, il semble donc naturellement intéressant de les valoriser pour différentes applications du quotidien. Par ailleurs, une meilleure connaissance des substances extractibles responsables de la durabilité naturelle des bois gabonais peut permettre une utilisation optimale du bois extrait des forêts. Il est également envisageable d'utiliser ces extractibles pour augmenter la durabilité d'essence naturellement peu durable (Saha Tchinda., 2013).

Notre intérêt s'est porté sur quatre essences de bois qui font partie des bois divers les plus exploités et commercialisés dans l'industrie du bois gabonais à savoir, Azobé (*Lophira Alata*), Dabéma (*Piptaniastrum africanum*), Tali (*Erythrophleum ivorense)* et Iroko (*Milicia excelsa)*. Ces essences possèdent de bonnes propriétés mécaniques, elles présentent une forte durabilité naturelle face à l'attaque des agents d'altérations du bois dans des études menées par les équipes de recherches sur les bois tropicaux du CIRAD (Azobé, Dabéma, Tali, Iroko; 1998-2011(Tropix).

Ce travail a pour objectifs :

- De quantifier et caractériser la nature des substances extractibles présentes dans les connexes des quatre essences utilisées dans l'industrie bois au Gabon (Azobé, Dabéma, Tali et Iroko),
- De mesurer les propriétés antioxydantes et antibactériennes de ces extractibles mais aussi leurs aptitudes à teindre des fibres naturelles en tant que colorants naturels,
- D'étudier l'effet antifongique des extractibles vis-à-vis des champignons de dégradation du bois afin d'envisager leur utilisation comme bio pesticides.

La thèse se présente en cinq chapitres :

- **Le premier chapitre** est essentiellement de la revue bibliographique,

- **Le deuxième chapitre** est consacré à l'étude sur les extractions, quantifications et caractérisations des extraits,

- **Le troisième chapitre** présente l'évaluation des propriétés antifongiques, antioxydantes et antibactériennes des extraits,

- **Le quatrième chapitre** étudie l'évaluation des extraits comme colorants naturels pour teindre le coton,

- **Le chapitre cinq** est lié à l'évaluation de la propriété gélifiante de la chlorophorine de l'extrait d'Iroko (*Milicia excelsa*).

Une conclusion générale et une ouverture sur les perspectives des potentielles utilisations des extraits des arbres sont proposées à la fin de cette thèse.

CHAPITRE 1
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1 Rappel sur le matériau bois

1.1 Structure et anatomie du bois

Le bois est l'éco matériau par excellence. Employé par l'homme depuis la nuit des temps, son usage a influencé l'évolution des civilisations. Ses nombreuses qualités le rendent incontournable. Matériau intemporel, le bois est à l'origine de nombreux métiers traditionnels et est aujourd'hui pour la filière bois source d'innovations. Il est naturel, renouvelable et biodégradable (ONF - Le matériau bois). Il peut servir dans la construction d'habitations ainsi que de différents ouvrages d'art, mais aussi dans la confection de meubles ou d'objets manufacturés aussi multiples que variés. Utilisé comme source d'énergie, il sert pour le chauffage ou la cuisson des aliments, se retrouve également dans d'autres applications à visée énergétique telles que la pyrolyse, gazéification…. Enfin, le bois est une source importante de matières premières car il est employé dans différentes industries : l'industrie papetière qui utilise la cellulose, mais aussi l'industrie des panneaux qui utilise des particules bois ainsi que celle des composites bois/polymères, du tannage des peaux et des colles qui utilisent des tannins. De nombreux extractibles sont utilisés dans des domaines très variés (cosmétique, agroalimentaire, médecine…).

L'anatomie du bois permet d'avoir des connaissances facilitant d'une part la compréhension de la physiologie et la biomécanique de l'arbre mais aussi des propriétés physico-mécaniques du bois et de sa qualité en tant que matériau. Ces propriétés peuvent varier selon l'espèce à l'intérieur d'une même espèce, mais aussi en fonction de l'origine géographique et de la position dans l'arbre (Mounguengui, 2008). C'est un matériau composé de carbone, d'hydrogène, d'oxygène et d'azote en très faible quantité (Inari et al., 2006). L'étude du matériau bois nécessite des observations à différents niveaux en fonction de l'orientation de la recherche. C'est dans cette optique que des recherches ont été faites sur le plan macroscopique, microscopique et moléculaire, celles-ci étant toutes liées et dépendantes les unes des autres. La structure anatomique du bois peut être plus ou moins complexe selon son origine (zone tempérée ou tropicale) et sa nature (feuillus ou résineux). Il peut être identifié et classé selon ses critères anatomiques. Une représentation des différents niveaux d'étude du matériau et de leurs interconnexions est proposée dans la figure 1 dans le cas d'un bois de résineux.

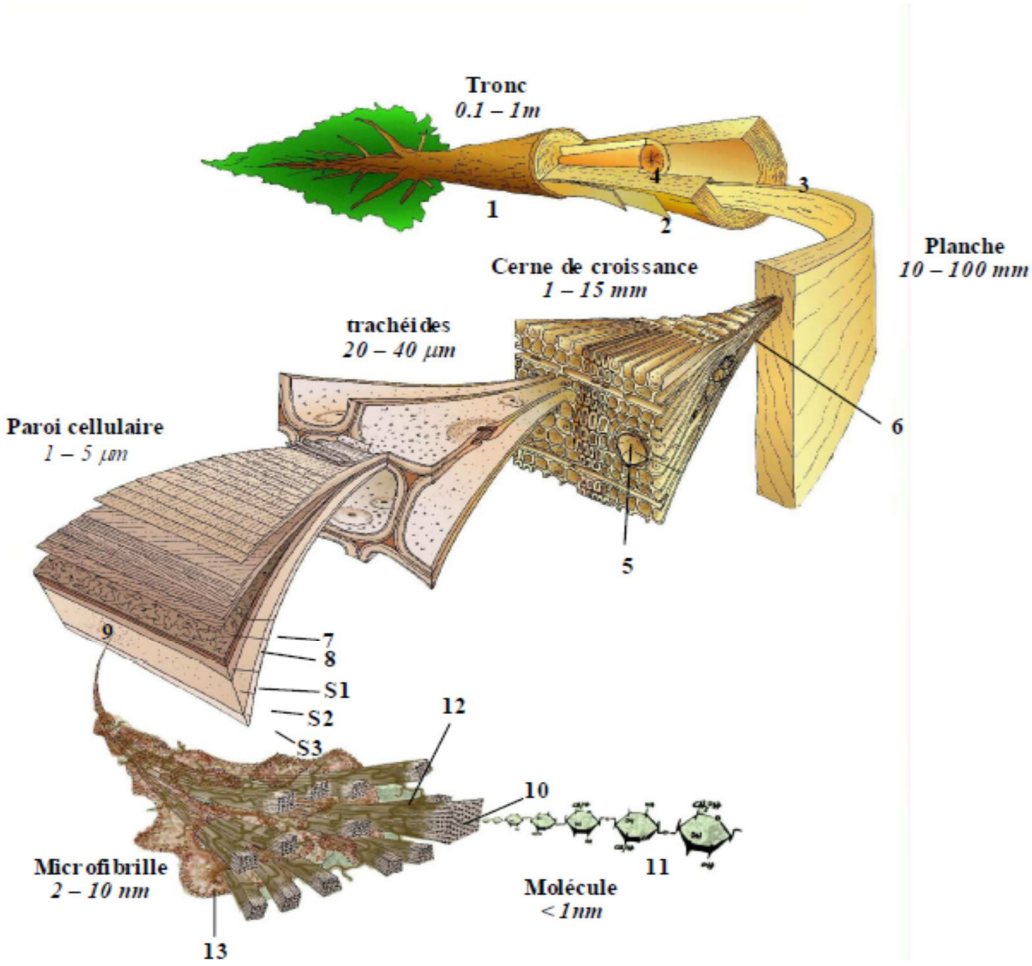


Figure 1 : Les différents niveaux d'observation du bois (Rousset, 2004)

La plus grande partie d'un tronc **(1)** est constituée d'éléments morts. En revanche, il existe des cellules vivantes, assurant la division cellulaire située entre le bois et le liber (écorce interne) appelé cambium **(2).** La partie physiologiquement active de l'arbre appelée aubier **(4)** est constituée de cellules reliées entre elles par des ouvertures à chaque extrémité et formant des trachéides. La sève brute circule verticalement par les trachéides mais aussi dans une moindre mesure, horizontalement par les ponctuations. Avec les années, les trachéides ne sont plus fonctionnelles, on obtient alors le bois de cœur **(3)**. Chez certaines essences, l'aubier est plus clair que le duramen qui est attaqué plus facilement par les organismes qui dégradent le bois. Par contre, le duramen possède généralement une durabilité naturelle plus élevée face à ces organismes, caractéristique qui est spécifique en fonction de l'essence et la transformation de l'aubier en duramen appelée duraminisation. Les rayons **(6)** assurent l'accumulation et la distribution des réserves à l'instar de graisses et amidon dans la direction radiale. Une paroi primaire **(8)** est sécrétée durant la genèse de la division des cellules de la cellule mitoyenne. La lamelle moyenne **(7)** résulte de la formation entre les deux parois primaires et la couche

mitoyenne. Durant la différenciation de la cellule, apparaît la paroi secondaire **(9)**, mince, épaisse, constituée de trois couches à savoir la S1, S2 et S3. Les microfibrilles **(10)** de cellulose cristalline (**11)** sont combinées aux hémicelluloses **(12)** à la lignine, ces deux derniers polymères constituant avec la cellulose non cristalline la matrice amorphe **(13)**. Les couches **S1** et **S3** assurent la résistance à la compression alors que la résistance à la tension est assurée par la couche **S2**.

1.2 Composition chimique du bois

La composition chimique du bois est complexe et présente une grande hétérogénéité. Il est constitué à 90% environ de structures macromoléculaires telles que la cellulose, les hémicelluloses et la lignine qui constituent les parois des cellules du bois (polymères pariétaux) en moindre mesure 10% environ de substances moléculaires appelées extractibles à l'origine de différentes propriétés du bois telles que sa couleur ou sa durabilité.

1.2.1 La cellulose

La cellulose est l'homopolymère naturel se trouvant en plus grande quantité sur la terre. Elle constitue principalement la paroi cellulaire de nombreux végétaux avec une teneur variant de 17 à 99%. C'est un polymère linéaire constitué d'unité cellobiose correspondant à deux unités de β-D-glucopyranoses reliées entre elles par une liaison glycoside β-1,4. Le degré de polymérisation de la cellulose varie entre 7000 et 15000 unités de glucose. La cellulose, ayant des groupements hydroxyles libres, peut former des liaisons hydrogènes intramoléculaires ou intermoléculaires conduisant à une cellulose fortement ordonnée appelée cellulose cristalline, responsable des propriétés mécaniques du matériau. Parallèlement à cette cellulose cristalline, il y a également une cellulose qui existe à l'état désordonné ou amorphe. Les fibres de cellulose sont biodégradables, recyclables et considérées comme naturelles (saha Tchinda, 2013).

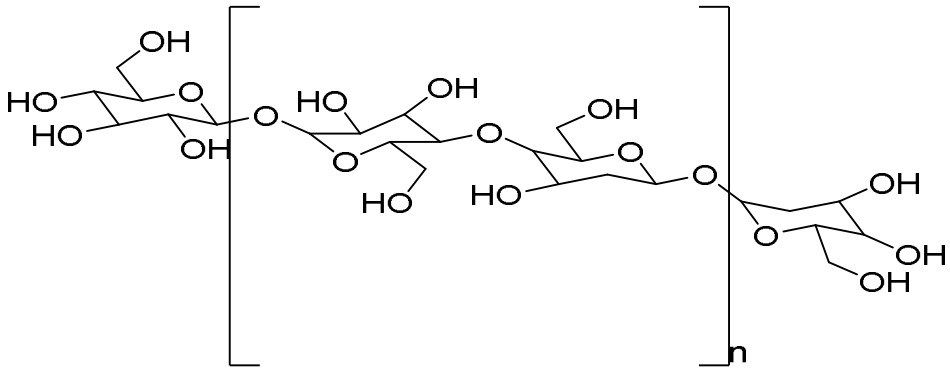
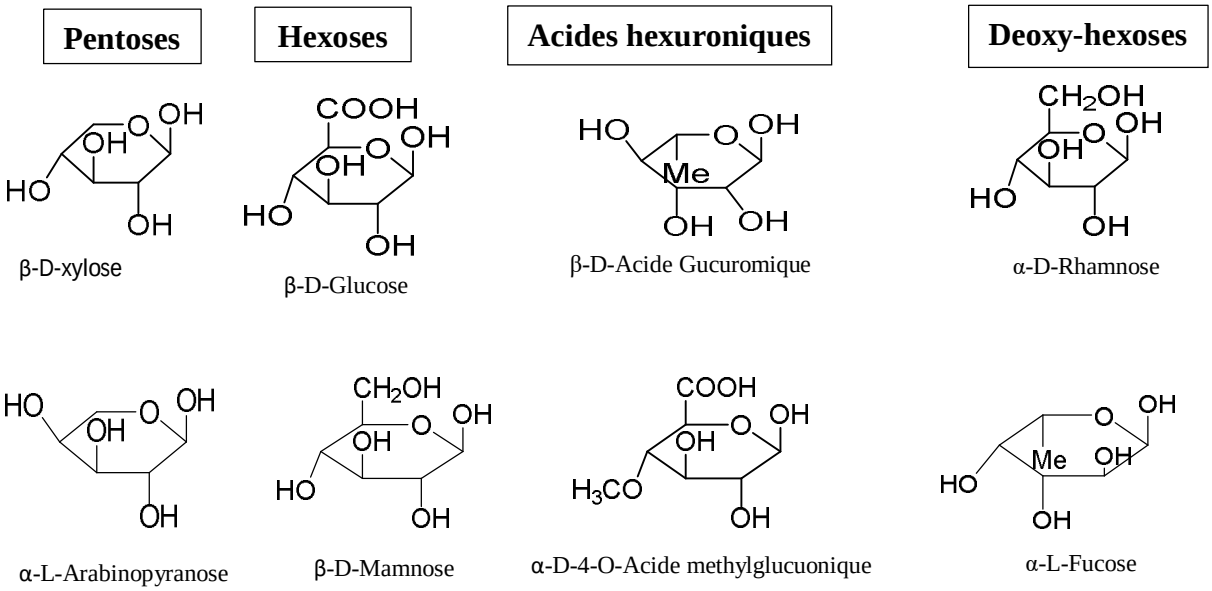
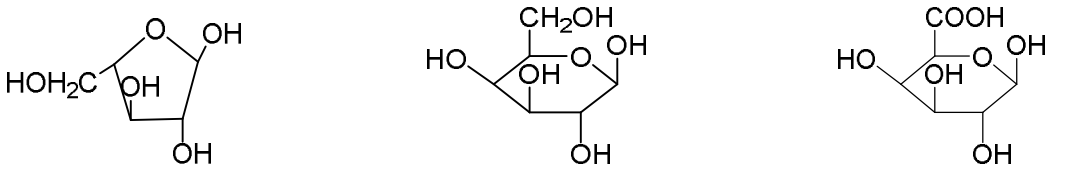


Figure 2 : structure de la cellulose

1.2.2 Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des héteropolysaccharides constituées de sucres incluant des hexoses tels que le glucose, le galactose et le mannose, des pentoses tels que le xylose, l'arabinose et des acides uroniques présentant des structures ramifiées. Le degré de polymérisation des hémicelluloses, inférieur à celui de la cellulose est de l'ordre de 100 à 200 unités osidiques pour les xylanes des feuillus par exemple. Les hémicelluloses des résineux diffèrent de celles des feuillus par la nature des sucres qui les constituent : les feuillus sont riches en xylane, et les résineux riches en manoses (Fengel et Wegner, 1984). La structure des principaux sucres entrant dans la constitution des hémicelluloses est représentée dans la figure 3.



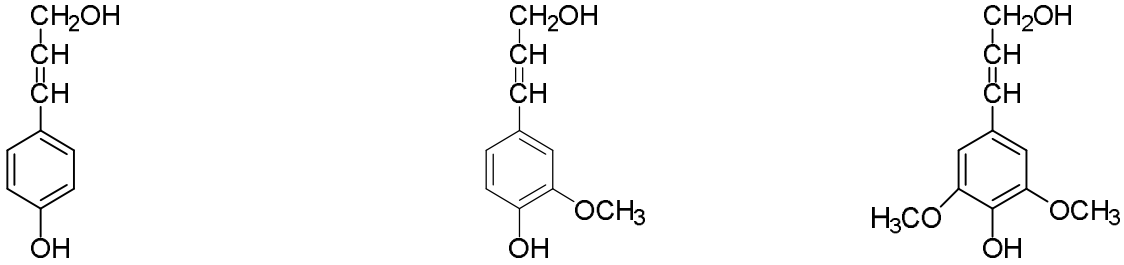


α-L-Arabinofuranose α-D-Galactose α-D-Acide Galacturonique

Figure 3 : Différents sucres constituant les hémicelluloses

1.2.3 La lignine

La lignine est un polymère amorphe constitué d'unités de phényl-propane. Elle est le deuxième bio polymère renouvelable le plus abondant après la cellulose. Elle résulte de la polymérisation oxydative de trois alcools phénoliques (Figure 4).



Alcool Coumarylique (Unité para hydroxyphenyl)

Alcool Conifférylique (Unité guaiacyle)

Alcool Sinapylique (Unité syringyle)

Figure 4 : Les monomères précurseurs de la lignine

La multiplicité des unités de base (parahydroxyphényle, guaiacyle et syringyle) des types de liaisons et des combinaisons entre ces derniers conduit à des structures tridimensionnelles encore mal connues. Les principales fonctions de la lignine sont d'apporter la rigidité, la résistance à l'eau et une résistance à l'attaque des agents d'altération du bois. Des travaux ont montré que la teneur en lignine varie de 3 à 5% dans les feuilles, 5 à 20% dans les tiges herbacées et de 15 à 35% dans les tiges ligneuses.

La lignine des feuillus diffère de celles des résineux. Dans les feuillus, le noyau aromatique des lignines est substitué par un ou deux groupements méthoxy ; elle est dite de type G/S, guaicyle ou syringyle respectivement. En revanche chez les résineux, elle ne comporte qu'un seul groupement méthoxy et dite de type G (guaïacyle, dérivé de l'alcool conifférirylique). De faibles

quantités d'alcool coumarylique sont également associées aux lignines de feuillus et de résineux.

1.2.4 Extractibles

Le terme "extractibles" recouvre un grand nombre de constituants qui peuvent être extraits avec des solvants organiques comme l'éthanol, l'acétone, le dichlorométhane ou l'eau, etc. Ce sont des molécules de faible poids moléculaire se trouvant dans la structure poreuse du bois. Le taux des extractibles varie selon la nature du bois à savoir feuillus ou résineux. Les extractibles correspondent en grande partie à des métabolites secondaires, c'est-à-dire à des composés non indispensables à la croissance de l'arbre. La teneur et la composition des extractibles varient en fonction de la partie de l'arbre étudiée, de l'âge, du site géographique, de la saison de récolte et du temps d'entreposage, mais aussi du solvant utilisé. De nombreuses espèces d'arbre contiennent des substances extractibles toxiques, qui leur permettent de lutter contre les attaques des bactéries, champignons et termites (Rousset, 2004). D'autres extraits confèrent au bois sa couleur ou son odeur et transforment son comportement physico-chimique en modifiant sa densité et sa porosité (Saha Tchinda.,2013). Différentes familles de molécules peuvent être rencontrées dans le bois.

1.2.5 Terpènes et terpènoïdes

Produits par de nombreuses plantes, les terpènes sont exclusivement constitués d'atomes de carbones et d'hydrogènes et majoritairement rencontrés dans les résines des conifères. Les terpènoïdes quant à eux comportent des groupements fonctionnels supplémentaires ayant de l'oxygène à travers des fonctions alcooliques, carbonyles ou acides. Le point commun entre les deux est qu'ils sont synthétisés à partir d'un même précurseur, le pyrophosphate d'isopentenyl structure à 5 carbones équivalents à l'isoprène. La condensation de deux ou plusieurs unités d'isoprène permet la formation de différentes catégories de terpènes : les monoterpènes (deux unités), les sesquiterpènes (trois unités), les diterpènes (quatre unités) et les polyterpènes (huit et au-delà (Mathieu,2012).

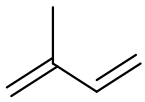


Figure 5 : Unité d'isoprène

1.2.6 Cires et graisses

Les cires sont définies comme étant des esters d'alcool gras et d'acides gras. Les graisses quant à elles sont constituées de glycérides (esters d'acides gras et de glycérol). Il existe des mono, di ou triglycérides dans les extractibles de bois. Les graisses et les cires peuvent influencer le procédé de fabrication de la pâte à papier et la mouillabilité du bois, on les retrouve généralement en quantité importante dans l'aubier et dans l'écorce.

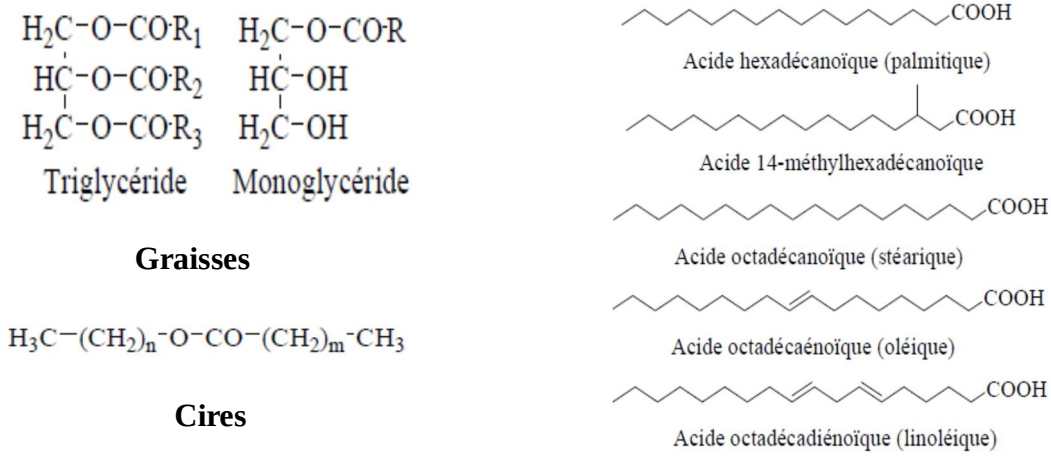


Figure 6 : Graisses et cires isolés du bois (Mounguengui, 2008)

1.2.7 Composés phénoliques

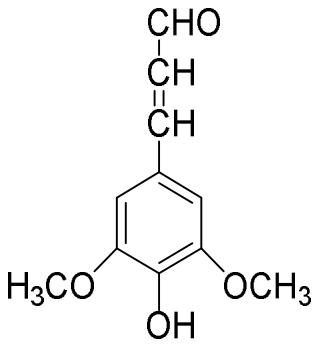
Différents composés phénoliques ont été identifiés dans le bois. Ces composés sont principalement constitués de dérivés phenylpropanoiques et leurs produits d'oxydation tels que les aldéhydes et les acides benzoïques (Mathieu, 2012). Possédant un ou plusieurs noyaux aromatiques et portant un ou plusieurs groupements hydroxyles, plus de 8000 molécules ont été isolées et identifiées à l'heure actuelle. Les composés phénoliques naturels regroupent plusieurs familles de composés en fonction de leur squelette de base et de leur voie de biosynthèse. On

peut distinguer : les phénols simples de type phényl moyen, les acides phénoliques, les flavonoïdes, les quinones, les stilbènes, les lignanes, les tanins (Saha Tchinda,2013). Un certain nombre de composés phénoliques peuvent également résulter de réactions de dégradation lors de leur extraction.

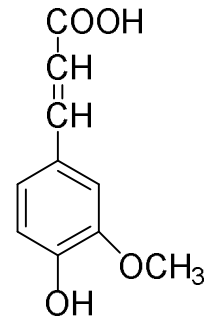
Les phénols simples

En général, les phénols simples présentent un squelette de type C6-C3 qui correspond au motif phényl propane présent dans les différents précurseurs de la lignine ou un squelette de type C6-C1, la forme oxydée du motif précédent. La figure 7 rapporte certains de ces types de composés, isolés à partir de différents bois de feuillus ou de résineux.

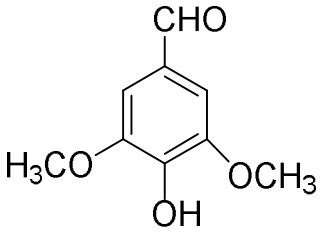
Certains de ces composés phénoliques sont présents dans le bois sous forme combinée avec d'autres molécules, telles que des sucres comme dans le cas de la coniférine. La sciure des bois de feuillus est cancérigène en raison de la présence de quantités plus ou moins importantes d'acide gallique et de ses dérivés (Mammela et al., 2001). La toxicité de ces composés s'explique par la présence des groupements hydroxyles successifs sur le même cycle aromatique (Kamaya et al., 2005).



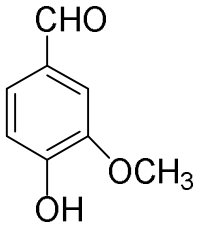
Sinapaldéhyde



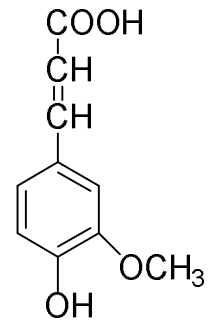
Acide férulique



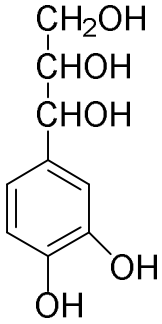
Syringaldéhyde



Vanilline



P-Hydroxy-benzaldéhyde



Guaiacyl-glycerol

Figure 7 : Quelques phénols simples isolés du bois

Les flavonoïdes

Les flavonoïdes font partie des métabolites secondaires les plus étudiés et représentent la plus grande famille de composés phénoliques présents chez les végétaux (Raven et al., 2000). Les flavonoïdes possèdent tous une structure en C6-C3-C6 et se divisent en plusieurs familles présentant chacune un squelette de base différent. A l'intérieur de chaque famille, il y a des variations de structure correspondant principalement au degré d'hydroxylation, de méthoxylation et de glycosylation de chaque cycle. Leurs propriétés physico-chimiques et leurs propriétés biologiques sont en grande partie liées à leur structure et à leur degré d'hydroxylation, les motifs phénoliques étant fortement impliqués dans leur propriété (Ohmura et al., 2000; Macheix et al., 2005 ; Hooper et Cassidy 2006). Les principales familles des flavonoïdes sont les flavanes, les flavones, les flavanones, les isoflavones, les chalcones, et les aurones

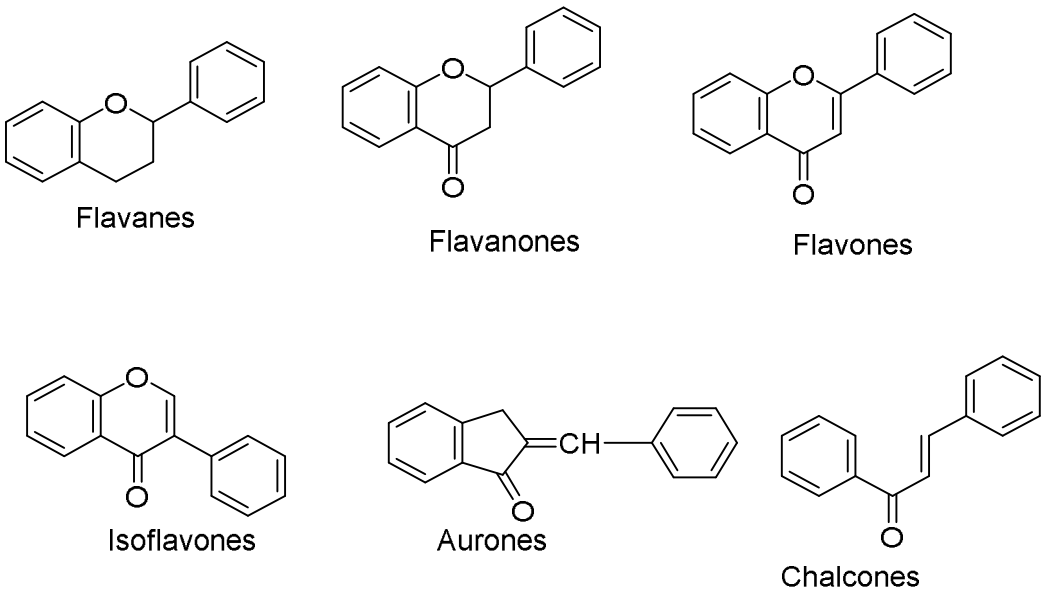


Figure 8 : Différentes familles de flavonoïdes

Il a été montré que les flavonoïdes peuvent agir en synergie, comme inhibiteurs des invasions microbiennes. La catéchine et les composés qui en dérivent, possèdent des propriétés antibactériennes clairement démontrées (Veluri et al., 2004). Par contre, leurs propriétés fongicides sont plus contestées (Bhat et al., 1998 ; Cristobal et al., 2004).

Les flavonoïdes sont à l'origine de la couleur du bois. La couleur caractéristique de certains bois tels que *Pterocarpus santalin, Pterocarpus indicus,* ou *Pterocarpus soyauxii* est due à la présence de certains flavonoïdes. Les molécules de la famille des santalines donnent la couleur

rouge ou jaune au bois. Ce sont des composés très utilisés dans l'industrie du textile. Les santalines A et B sont des pigments à l'origine de la couleur rouge, alors que les santalines Y et AC sont associées à la couleur jaune (Kinjo *et al.*, 1995). Les formules des santalines sont représentées dans la figure 9.

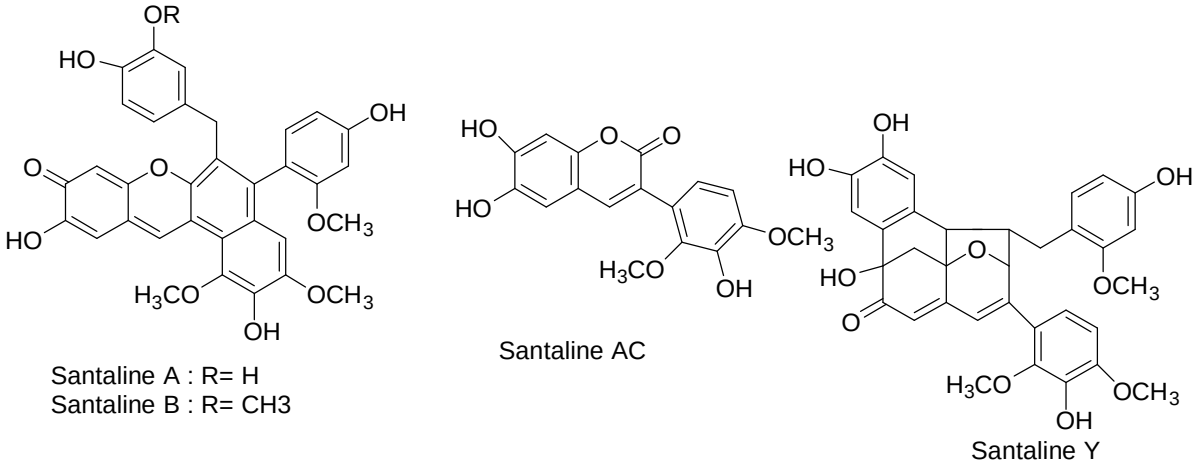


Figure 9 : Structures des santalines A,B,Y et AC

Hormis de conférer la couleur et la durabilité naturelle du bois, les flavonoïdes peuvent être considérés comme une importante source d'antioxydants (Harborne et Williams, 2000 ; Peitta, 2000). Ils sont présents dans les fruits et les légumes que nous consommons. On peut de même les retrouver dans des boissons telles que le lait de soja, le thé vert, le jus de pamplemousse, les jus de tomates… L'usage des flavonoïdes se fait aussi en cosmétique et permet de contrecarrer les phénomènes de vieillissement cellulaire. Les flavonoïdes sont considérés comme des inhibiteurs de radicaux libres limitant les phénomènes d'oxydation liés à ces derniers, mais peuvent aussi agir comme agents complexants des cations métalliques impliqués dans certains processus d'oxydation.

Quinones

Différents types de quinones (benzoquinones, naphthoquinones et anthraquinones) ont été identifiés dans le bois et tout particulièrement dans le Teck (Sirmah, 2009). La figure 10 rassemble différentes quinones identifiées dans le Teck.

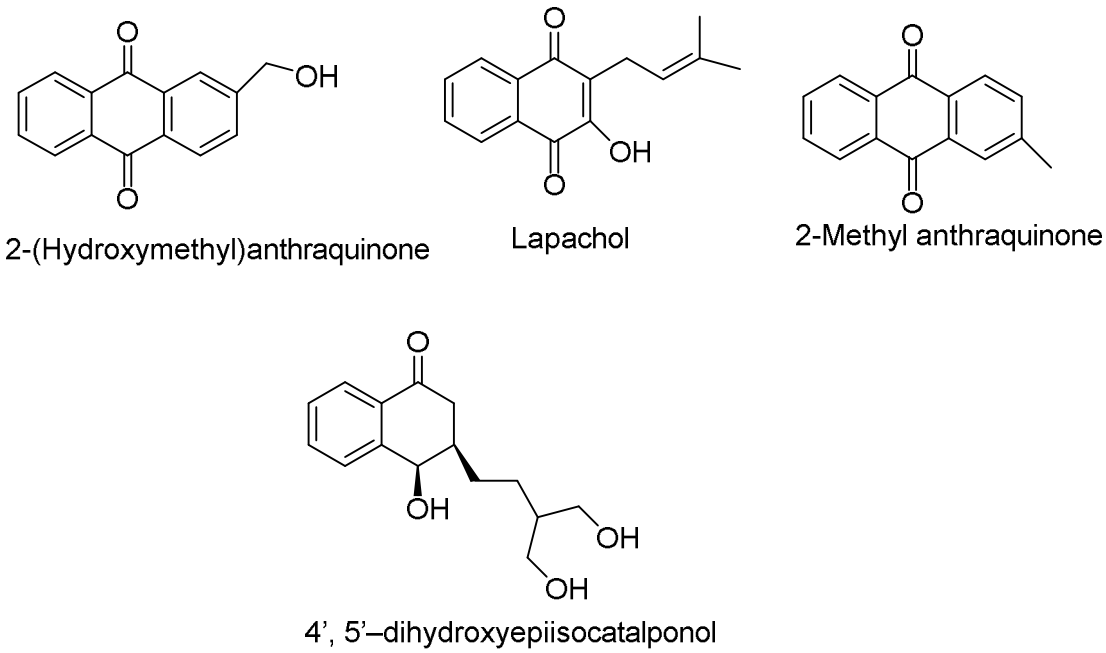


Figure 10 : Quinones extraites du bois de teck

Les quinones comme la tectoquinone, le lapachol ou la 2-hydroxymethylanthroquinone sont rapportées pour être responsables de la durabilité du bois de teck face aux termites (Martin Jacobson, 1958). La présence de la 4', 5'-dihydroxyépiisocatalponol dans le bois de teck a permis de montrer l'importance de ce composé dans la variabilité de la durabilité naturelle contre l'attaque des champignons ou de la pourriture. En effet, ce composé a montré des propriétés fongicides pouvant inhiber la croissance de *Trametes versicolor*. (Niamké *et al*., 2012).

Les Stilbènes

Dérivés de l'acide hydroxycinnamique, les stilbènes sont présents aussi bien chez les résineux que chez les feuillus. L'abondance de ces composés varie en fonction de la partie de l'arbre étudiée. La toxicité des stilbènes est liée à leur structure mais également à la nature des microorganismes en contact avec ces derniers (Venalainen et al., 2004 ; Lee et al., 2005). Les trans-stilbènes ont un rôle important dans la durabilité du bois de cœur vis-à-vis des champignons, notamment chez les essences de type Pinus.

Les stilbènes sont des composés que l'on utilise aussi dans le domaine de la pharmacologie et du cosmétique comme par exemple le resvératrol qui a des propriétés antioxydantes, anti-

inflammatoires, cardioprotectrices, et anticancéreuses (Qiang et Liang- Yi, 2012 ; Das Manika et Das K. Dipak, 2010).

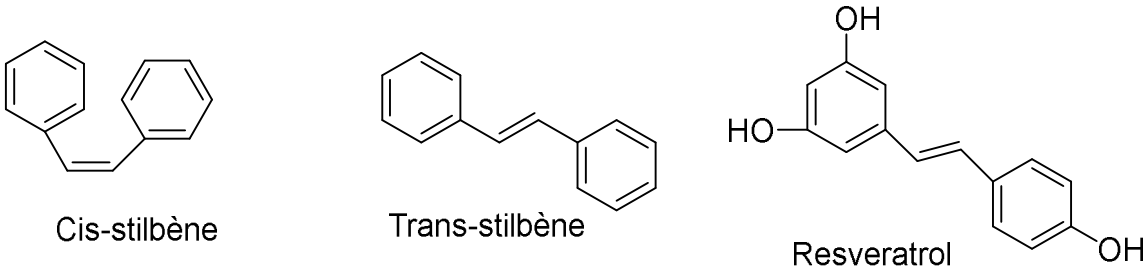


Figure 11 : Isomères de stilbènes et Resvératrol

Les Lignanes

Les lignanes constituent une autre famille de substances naturelles de nature polyphénolique très répandue chez les végétaux supérieurs. Ils résultent du couplage oxydatif des mêmes unités phénylpropane que celles impliquées dans la biosynthèse de la lignine. Bien que des discussions existent sur ce sujet, des intermédiaires dans la biosynthèse de la lignine peuvent exister sous la forme de di, tri, tétra ou penta-lignanes. Ils sont présents en abondance au niveau des nœuds de différents résineux comme l'épicéa ou le sapin (Kebbi-Benkeder *et al.*, 2014 ; Holmbom *et al.*, 2003 ;Smeds *et al.*, 2012). À cause de leurs effets phytoestrogènes, les lignanes sont très étudiées dans le domaine pharmaceutique et agroalimentaire (Murkies 1998 ; Hooper et Cassidy 2006). Comme la plupart des composés phénoliques présents dans le bois, les lignanes ont des propriétés antioxydantes (Lee et al., 2004), et d'autres lignanes possèdent des propriétés antifongiques (Kawamura et al., 2004).

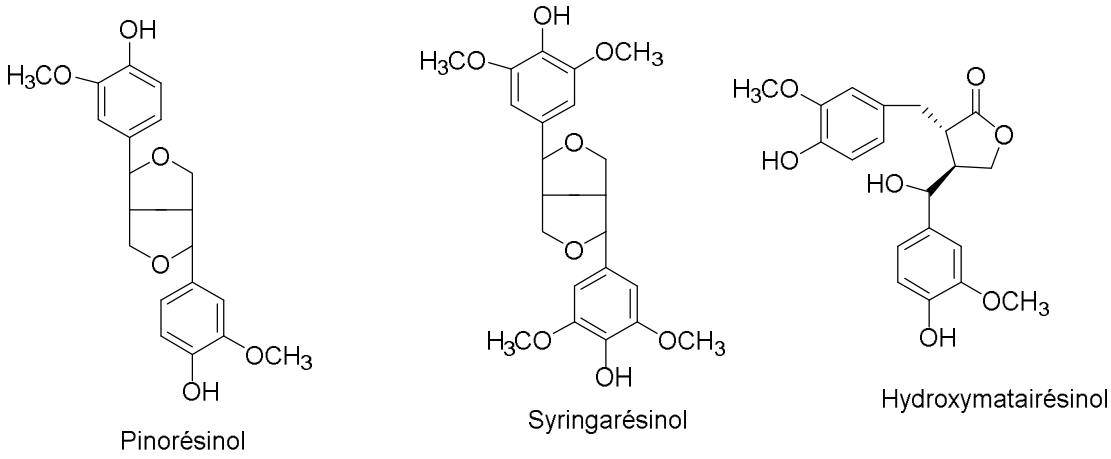


Figure 12 : Lignanes isolés de bois feuillus et de résineux

Tanins

On définit les tanins comme des substances phénoliques solubles dans l'eau, dont la masse molaire se situe entre 500 et 3000 Daltons, qui présentent les réactions caractéristiques des phénols en général, et sont de plus capables de précipiter les alcaloïdes, la gélatine et autres protéines (Stevanovic et Perrin, 2009). Ils se trouvent dans presque toutes les parties des végétaux (écorce, racines, feuilles, fruits, bois, etc. Les tanins sont subdivisés en deux catégories : les tanins hydrolysables et les tanins condensés (Saha Tchinda, 2013).

Tanins hydrolysables

Ils sont constitués d'esters d'acide gallique ou de ses dimères comme l'acide ellagique et l'acide digallique, avec différents monosaccarides dont principalement le glucose. Les tanins hydrolysables s'hydrolysent sans difficulté, par exemple l'hydrolyse des gallotanins conduit à de l'acide gallique et celle des ellagitanins conduit à l'acide ellagique.

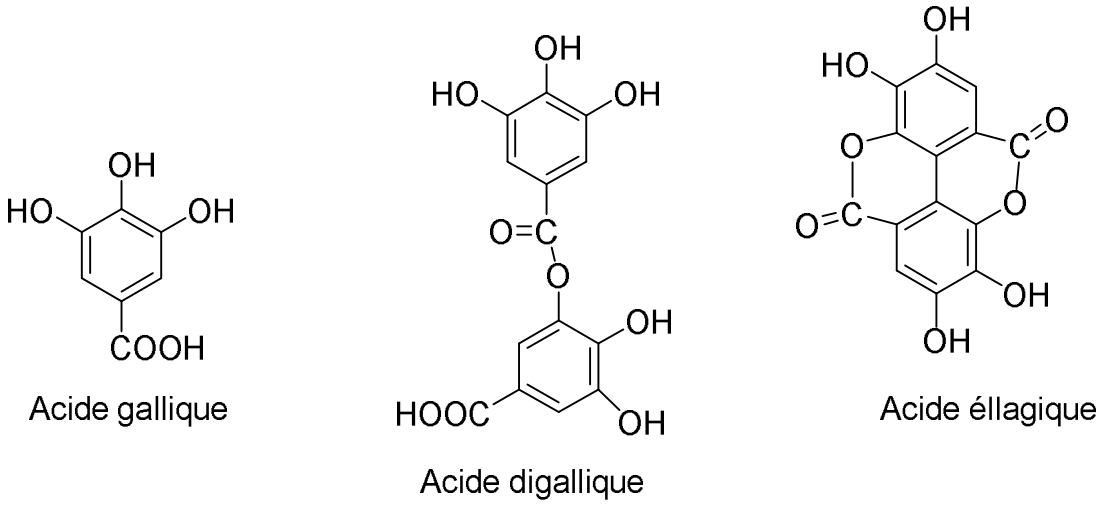


Figure 13 : Structure de l'acide gallique et de ses dimères

Tanins condensés

Les tanins condensés font partie des composés phénoliques les plus répandus dans les végétaux. On les trouve en majorité dans les écorces et le bois de cœur. Ce sont des oligomères d'unités flavanoïdes (flavan-3-ol) liées entre elles par des liaisons carbone-carbone qui sont difficiles à rompre par hydrolyse (Sirmah 2009). Ils peuvent aussi servir de protection de l'arbre contre les

attaques des champignons et ont des activités antioxydantes considérables. La toxicité des tanins vis à vis des microorganismes est un fait établi, trouvant son utilisation dans de nombreux domaines tels que la phytopathologie, les sciences du bois ou la pharmacologie.

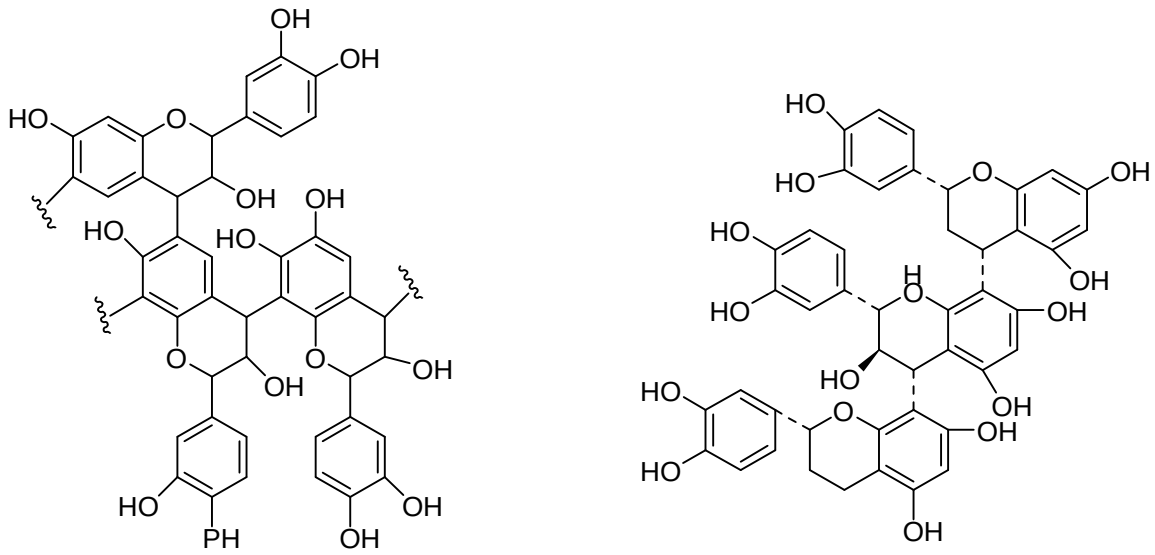


Figure 14 : Structure des tanins condensés

Substances minérales

Différents éléments minéraux sont présents en très faible quantité dans le bois tels que le calcium, le magnésium, le chlore et d'autres éléments qui se trouvent sous forme de traces à l'exemple du manganèse, du sodium et du phosphore. Ces éléments constituent les cendres (résidus de combustion du bois). Leurs concentrations varient en fonction du type de bois étudié.

1.3 Agents biologiques d'altération du bois

Le matériau bois peut être attaqué par différents organismes car constitué de matières organiques telles que la cellulose, les hémicelluloses et la lignine, pouvant servir de source de carbone à ces derniers. Les sucres, les acides aminés, protéines et l'amidon présents dans les cellules du bois le rende facilement dégradable par un grand nombre de bactéries et de

champignons pouvant affecter les propriétés mécaniques et esthétiques du bois (Mounanga,2008).

D'autres agents sont par contre capables de dégrader les polymères pariétaux du matériau. On rencontre trois grandes catégories d'agents susceptibles de causer des dégâts plus importants au matériau

- Les micro-organismes dont les bactéries dans des conditions anaérobies et les agents de pourriture dans des conditions aérobies
- Les insectes appartenant à différentes familles comme les coléoptères et les isoptères
- Et les organismes se trouvant dans les eaux.

1.3.1 Champignons

Les champignons ont leur utilité dans le processus de dégradation du bois. Cependant, ils deviennent un véritable fléau lorsqu'ils s'attaquent aux matériaux en bois, utilisés dans les constructions ou comme composants d'aménagements intérieurs ou extérieurs. On distingue ainsi deux typologies de champignons qui s'attaquent au bois. Les champignons lignicoles (bleuissement, moisissures et échauffures), et les champignons lignivores (pourriture blanche ou brune) se présentant sous différents aspects à savoir cubique, fibreuse et molle.

***Les champignons de bleuissement**

Ils appartiennent à la classe des Ascomycètes. Ils se nourrissent de substances de réserve du bois, tel que l'amidon, présent dans l'aubier des résineux et des feuillus ; ces champignons apparaissent sur des grumes fraîchement abattues, sur des sciages frais dont le séchage est trop lent ou sur des bois mis en œuvre puis réhumidifiés. Ces mycètes ont un important besoin d'humidité. Les propriétés mécaniques du matériau sont maintenues car ces champignons ne s'attaquent pas aux constituants des parois cellulaires.

***Les moisissures**

Appartenant également à la classe des Ascomycètes, elles se développent en surface des bois humides. Ainsi elles sont à l'origine des taches colorées superficielles, généralement de couleur bleu-verdâtre éliminables après séchage par brossage. Les moisissures ne modifient ni les propriétés mécaniques du bois, ni sa couleur en profondeur.

*** Les échauffures**

Elles produisent au départ des dégradations esthétiques, qui peuvent évoluer en pourriture fibreuse avec dégradation de la matière lignocellulosique. Elles apparaissent dans l'arbre sur pied ou dans les grumes stockées en forêt, indifféremment sur feuillus ou résineux. Les échauffures ont besoin d'humidité pour se développer, et disparaissent au séchage. Elles engendrent un changement peu accentué de consistance, accompagné de taches blanches, jaunes à rougeâtre, souvent bordées de noir.

*** Les pourritures cubiques (pourritures brunes)**

Appartiennent à la classe des Basidiomycètes. Elles attaquent de préférence les polysaccharides (cellulose, hémicelluloses) (Panier pierre, 2015) ; le bois attaqué brunit et se délite, délimitant des zones plus ou moins cubiques ayant l'aspect du bois calciné, d'où le nom de ces pourritures. Différents mécanismes interviennent dans la dégradation de la matière lignocellulosique : des processus enzymatiques, avec des enzymes hydrolytiques extracellulaires, ou des processus non enzymatiques. Elles se développent indifféremment à l'intérieur ou à l'extérieur des habitations, et sur bois de feuillus ou de résineux. La mérule (*Serpula lacrymans*), le coniophore des caves (*Coniophora puteana*) ou les lenzites (*Gloeophyllum spp*) font partie de cette catégorie.

*** Les pourritures fibreuses (pourritures blanches)**

Appartiennent de même à la classe des Basidiomycètes. Elles attaquent préférentiellement les feuillus, et ont des besoins en humidité plus importants que les pourritures brunes. Ces champignons dégradent les constituants macromoléculaires du bois : lignines et polysaccharides sont dégradés simultanément. Le bois altéré est alors ramolli, blanchâtre et des zones d'aspect fibreux apparaissent, d'où l'appellation de ces pourritures. Ces champignons présentent deux systèmes enzymatiques : un système ligninolytique pour la dégradation des lignines, et un système hydrolytique pour la dépolymérisation des polysaccharides. Le polypore des caves (*Donkioporia expansa*) et *Trametes versicolor* sont des agents de pourriture fibreuse.

*** Les pourritures molles**

Appartiennent à la classe des Ascomycètes. Elles sévissent dans des conditions d'humidité particulièrement élevées, et peuvent même dégrader des bois saturés d'eau, en utilisant la faible

quantité d'oxygène dissout. Les pourritures molles attaquent les feuillus, mais peuvent également affecter les résineux. Elles consomment principalement les polysaccharides ; des zones de lyse apparaissent à l'intérieur de couche S2 de la paroi cellulaire, ce qui confère au bois dégradé un aspect spongieux ; la surface du bois devient noirâtre, et en séchant, elle est découpée en petits cubes réguliers et peu profonds (Damay, 2014).



Figure 15 : Exemple de pourriture cubique



Figure 16 : Exemple de pourriture blanche



Figure 17 : Exemple de pourriture molle

Capacité des extractibles à teindre les fibres

Les colorants sont largement utilisés dans les imprimeries, les produits alimentaires, cosmétiques, mais surtout dans les industries textiles. Leur stabilité chimique, leur facilité de synthèse et les variétés de couleurs disponibles sont des éléments importants pour le choix de ces derniers. La production mondiale de colorants est estimée à plus de 800 000 tonnes par an, constituées principalement de colorants de synthèse représentant 60-70 % du total (Mansour et al ., 2011). Cependant, la majorité des colorants utilisés peuvent être à l'origine de pollutions importantes lorsqu'ils sont libérés dans l'environnement lors des différentes étapes du cycle de vie d'un produit (production, utilisation, élimination). Les colorants de synthèse sont également considérés comme cancérigènes par les organismes internationaux de réglementations, justifiant la recherche d'alternatives moins toxiques et plus respectueuses de l'environnement de nos jours. On enregistre plusieurs méthodes d'extraction des colorants. On peut citer les méthodes traditionnelles ou conventionnelles utilisant une base, un acide, un solvant organique ou de l'eau (Ali et al., 2009).

1.4 Etat de l'art des quinze essences de bois les plus exploitées au Gabon

1.4.1 Bilinga (*Nauclea diderrichii*)

Nauclea Diderrichii est un arbre à feuilles persistantes originaire des forêts pluviales humides et persistantes des tropiques d'Afrique. Dans des conditions naturelles, l'espèce peut atteindre 50 m de hauteur et atteindre un diamètre de 80 à 180 cm. En raison de son bois précieux, il est très apprécié internationalement (Onyekwelu et Stimm., 2004). En médecine traditionnelle, les décoctions d'écorce du bois de Bilinga sont utilisées pour traiter les maux d'estomac et la fièvre. Des molécules appartenant à la famille des saponines ont été isolées et caractérisées comme étant des glycosides de l'acide quinovique (Lamidi et al., 1995). Neuf composés présents dans les extraits du bois de cœur du Bilinga, dont des glycosides de l'acide quinovique et l'acide cadambine ont montré une efficacité antileishmaniale (Di Giorgio et al., 2006). D'autres travaux ont permis d'identifier du diderroside, ainsi que de l'acide 3-oxoquinovique et l'acide 3-O-glycosylquinovique (Adeoye et Waigh., 1983).

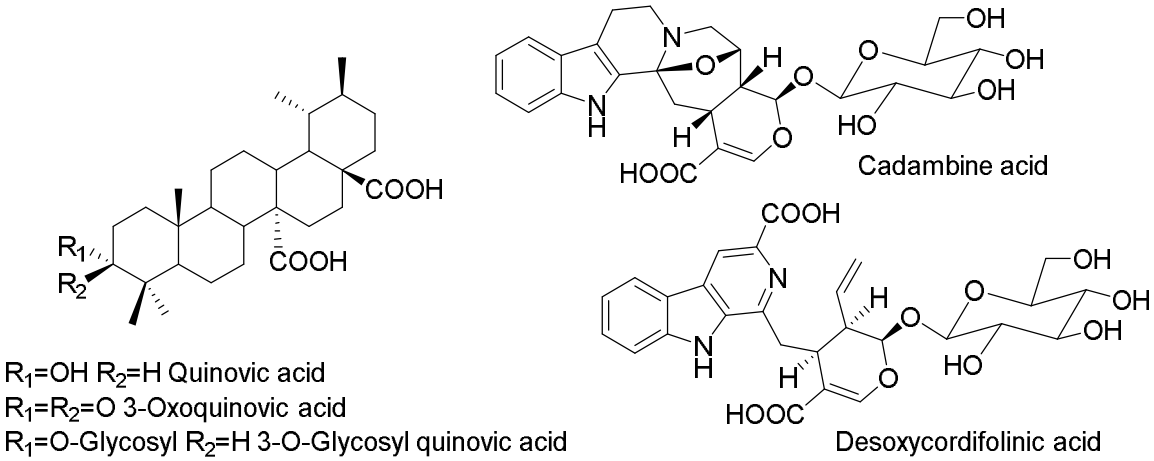


Figure 18 : Différentes molécules identifiées dans les extraits de Bilinga

1.4.2 Kévazingo (*Guibourtia tessmannii*)

Guibourtia Tessmannii, est une essence de bois qui s'étend du Cameroun, en Guinée équatoriale jusqu'au Gabon. Son bois est très prisé de l'industrie du fait de sa forte durabilité naturelle. Il est utilisé en parqueterie, en menuiserie, pour les lambris, le mobilier, l'ébénisterie, les étais de mines, la charronnerie, les emballages, les instruments de musique, les manches d'outils, de balais et les objets sculptés, mais se prête à la construction navale, à la confection de jouets, d'articles de fantaisie, au tournage et aux placages. L'usage traditionnel de son écorce permet de traiter les convulsions, les diarrhées, les hernies, le paludisme, l'anémie et la stérilité féminine. Des habitants de villages affirment que l'usage de l'écorce, des feuilles ou des fruits permettent de lutter également contre la fièvre typhoïde, les hémorroïdes, le cancer, les maladies sexuellement transmissibles et l'hépatite (Obeng.,2011). Divers travaux ont été effectués sur les extraits du duramen permettant d'isoler et de caractériser deux flavanols : la leucofisétinidine et la guibourtacacidine (Ohigashi *et al*., 1985 ; Roux, 1959). L'asebotin, un glycoside de dihydrochalone, a également été caractérisé (Nkengfack et al. 2001). Un stilbène, le (E)-3,4-dimethoxyl-5-rutisol, ainsi que d'autres stilbènes ont été caractérisés dans l'extrait acétonique d'écorce (Nyemba et al. 1995).

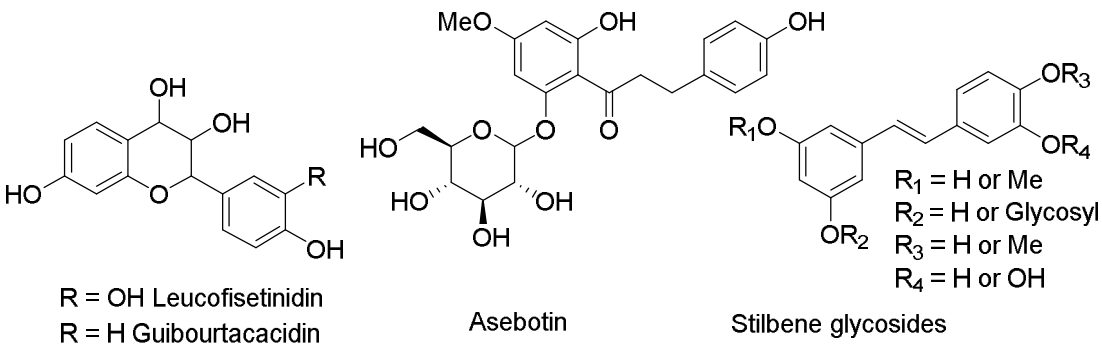


Figure 19 : Différentes molécules identifiées dans les extraits de Kévazingo

1.4.3 Azobé (*Lophira alata*)

L'aire naturelle de *Lophira alata* s'étend de la Guinée-Bissau jusqu'en Centrafrique, vers le sud jusqu'au Gabon et en République Démocratique du Congo. Il est très commun sur le littoral, moins à l'intérieur des terres. En République Démocratique du Congo, on le trouve depuis les frontières occidentales jusqu'au bassin central du fleuve Congo. Le bois de l'Azobé est l'un des bois de feuillus tropicaux les plus utilisés, car il est disponible en dimension (diamètre) plus grande que d'autres bois de caractéristiques techniques similaires. Du fait de ses propriétés mécaniques et de sa durabilité naturelle, il est utilisé pour de nombreuses applications : ponts, planchers, constructions navale et portuaire, sols industriels, etc. En médecine traditionnelle, l'écorce est appliquée localement en cas d'affections rénales. La décoction d'écorce se prend ou s'applique en lavement contre les douleurs menstruelles, pour des problèmes de hernie ou de maux d'estomac. Elle est également utilisée en cas de douleurs rénales et de maux de dents (Lophira alata Banks ex P.Gaertn.). Trois constituants de type flavonoïdes présentant des propriétés antitumorales la lophirone F, l'azobéchalcone ont été isolés de l'extrait d'écorce (Murakami *et al*..,1991). Deux tétraflavonoïdes, dont le lophirochalcone et le lophiroflavan A, ont également été isolés puis caractérisés (Tih et al. 1992). Dans d'autres travaux, Murakami et ses collaborateurs (2014) ont isolé et établi la structure de l'alatachalcone dans l'extrait d'écorce. Les extraits de bois de cœur ont permis d'isoler et caractériser la lophirone A, la lophirone N, et la lophirone O (Abderamane et al., 2014).

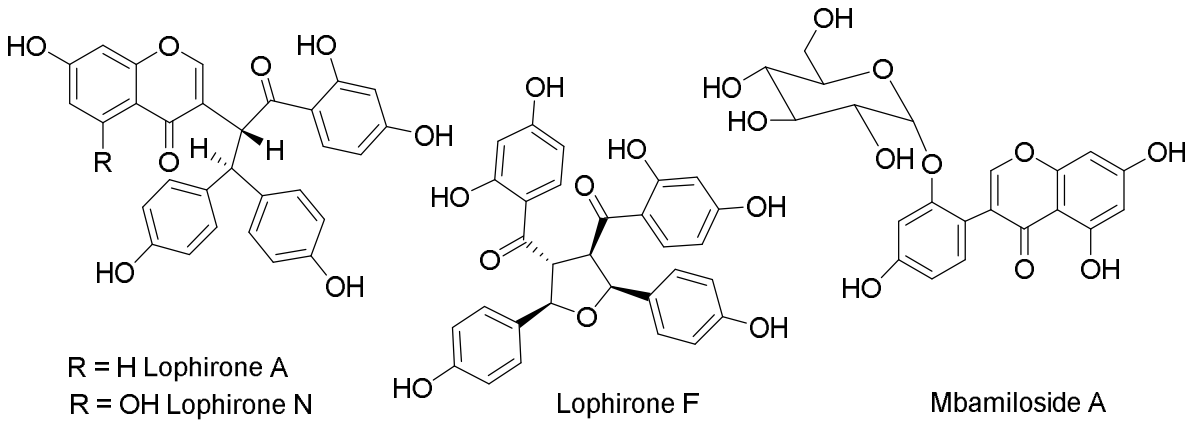


Figure 20 : Différentes molécules identifiées dans les extraits d'Azobé

1.4.4 Dabéma (*piptaniastrum africanum*)

Piptaniastrum africanum est un arbre de grande taille, pouvant atteindre 50 m de haut, au fût cylindrique rectiligne, muni à la base de contreforts de 5 à 8 mètres de haut, qui se rencontre dans les forêts tropicales d'Afrique occidentale et centrale. Il est exploité pour son bois commercialisé comme bois d'œuvre (Tafoukou., 2016). Son écorce et parfois ses racines et ses feuilles sont couramment utilisées en médecine traditionnelle. Les décoctions d'écorce sont administrées par voie interne contre la toux, la bronchite, les céphalées, les troubles mentaux, les hémorroïdes, les infections uro-génitales, les douleurs gastriques, la dysménorrhée et l'impuissance masculine. En application externe, elles servent à soigner la fièvre, les maux de dents, les pneumonies, les œdèmes, les affections cutanées et les rhumatismes (Piptadeniastrum africanum (PROTA) — PlantUse Français). Les extraits de bois de cœur sont rapportés pour contenir des saponines comme la piptadeniaoside (Noté et al. 2013b). La piptadénine, un triterpène, ainsi que le piptadénamide, un céramide, ont été isolés dans les fractions acétonique et méthanolique ainsi que différents composés dérivés d'acides gras ou de 4 terpenoides : 28-*O*-*β*-D-glucopyranosyl-3*β*,22*β*-dihydroxyolean-12-en-28-oate, 22-*β*-hydroxyoleanic acid, acide oléanique, lupéol, acide bétulinique, 5-*α*-stigmast-7,22-dien-3*β*-ol (**7**), 5-*α*-stigmast-7,22-dien-3-one, 5*α*-stigmast-5-en-3*β*-ol 3-*O*-*β*-D-glucoside et le glyceryl-1- hexacosanoate (Dawé et al., 2017).

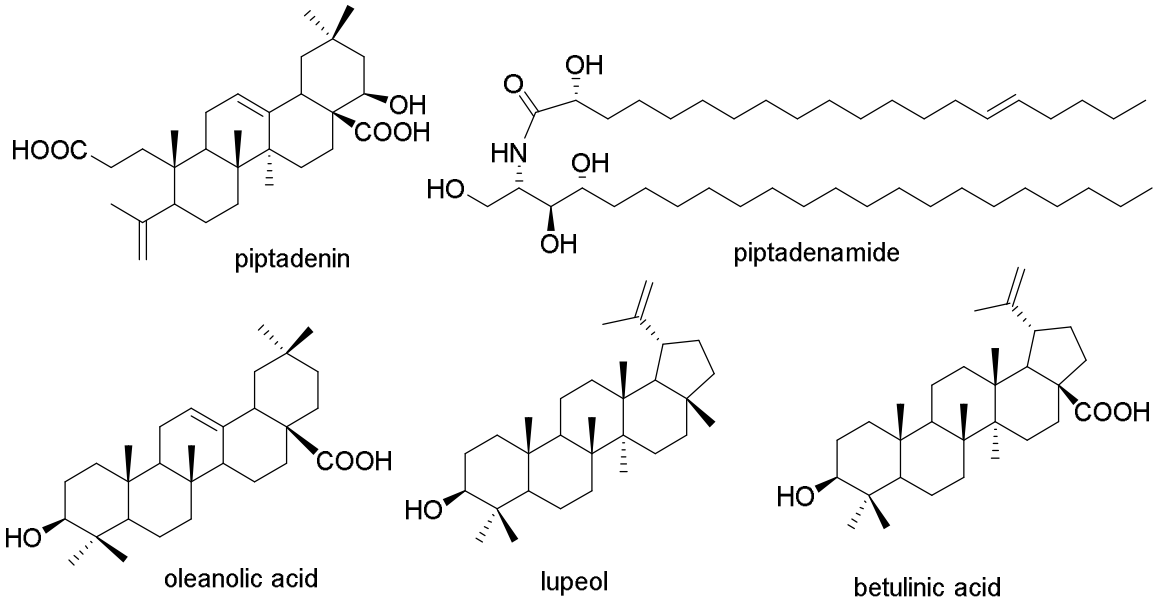


Figure 21 : Différentes molécules identifiées dans les extraits de Dabéma

1.4.5 Iroko (*Milicia excelsa*)

L'essence *chlorophora excelsa* ou *Milicia excelsa* est généralement connue sous le nom commercial d'Iroko. Son bois est résistant aux attaques des champignons et insectes, il s'étend depuis la Guinée-Bissau jusqu'à l'Ethiopie, et vers le sud jusqu'à l'Angola, au Zimbabwe, Mozambique et dans le bassin du Congo. L'écorce est employée pour teindre les cuirs et les tissus, mais aussi utilisée autrefois pour la fabrication des pagnes. L'iroko est une essence commerciale très appréciée en Afrique, pour laquelle la demande est importante. Il est employé comme bois de construction, pour la construction navale et la charpenterie de marine, les traverses de chemin de fer, les portes d'écluse, les charpentes, les menuiseries extérieures et intérieures. Des préparations à base d'écorce sont administrées pour traiter la toux, l'asthme, les affections cardiaques, les douleurs de la rate, les maux d'estomac, les douleurs abdominales, les œdèmes, l'ascite, la dysménorrhée et les états de fatigue générale. Christensen, Lam, et Sigsgaard (1988) ont isolé et caractérisé le 4-géranyl-3,5,4'-trihydroxy-trans-stilbène dans l'extrait d'écorce. La chlorophorine a été isolée du duramen ainsi que du resvératrol (Shimizu, Yasutake, et Kondo 2003b). La 5,5'-dihydroxy-3,7,2'-4'-tetramethoxyflavone a été identifiée dans les extraits acétoniques d'écorce (Malan et Swinny, 1989). Trois composés présents dans l'écorce des racines ont fait l'objet d'études indiquant la présence de cudraxanthone, de neocyclomorusin et du 9-βH-3β-acetoxylanosta-7,24-diene (3) (Oke-Altuntas et al. 2016).

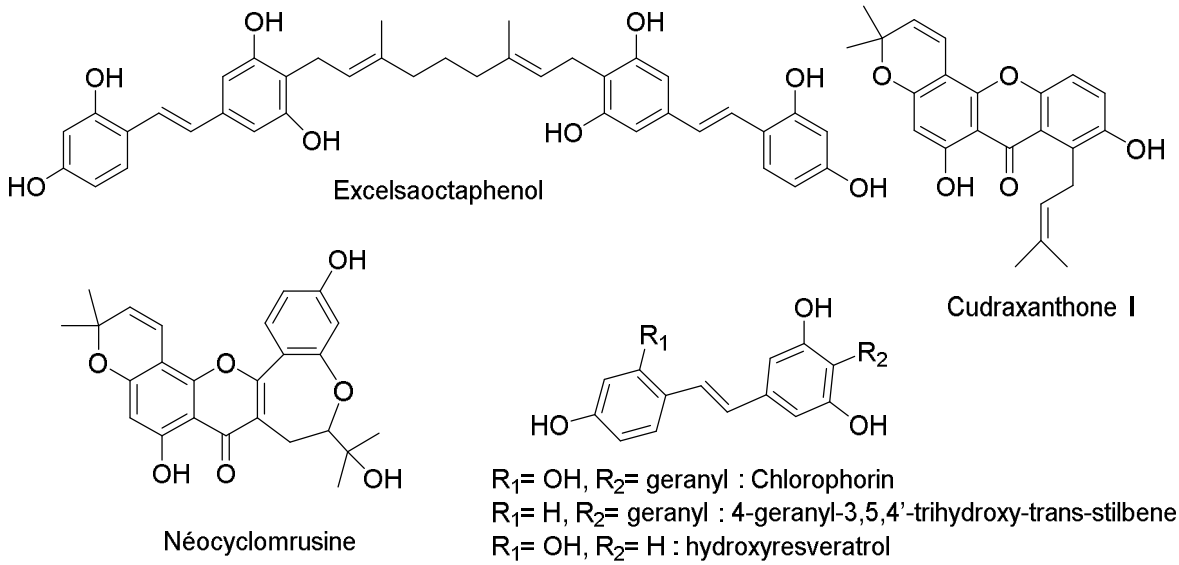


Figure 22 : Différentes molécules identifiées dans les extraits de l'Iroko

1.4.6 Moabi (*Baillonella toxisperma*)

Baillonella toxisperma, appelé localement Moabi, est une variété d'Obovata de la classe des Sapotacées. Le Moabi s'étend des forêts denses d'Afrique Equatoriale depuis le Nigeria jusqu'en Angola. C'est un géant de la forêt tropicale avec son fût droit et cylindrique pouvant atteindre 25 à 30 mètres de hauteur et dont le tronc dépasse souvent 2 mètres de diamètre. Le bois parfait de couleur brun rose plus ou moins foncé est bien différencié de l'aubier de couleur gris-rosâtre et épais de 4 à 6 cm (Saha Tchinda, 2013). Le bois du Moabi est utilisé pour les menuiseries et charpentes extérieures telles que portes, fenêtres, mobilier de jardin et pour la construction marine. Les décoctions d'écorce soignent les maux de reins, les douleurs dentaires, les affections des voies respiratoires et digestives. L'arbre a plusieurs usages rituels (Louppe., 2018). L'acide 3-O-bétulinique-p-coumarate, l'acide botulinique ainsi que le stigmastérol ont été identifiés dans l'extrait d'écorce. D'autres composés tels que des saponines, comme l'aflatoxin B1 et G1, ont été également identifiés de l'écorce (Mbah et al., 2011). Du squalène et de l'acide gallique ont été identifiés dans les extraits de duramen par analyse GC-MS (Saha Tchinda, 2013).

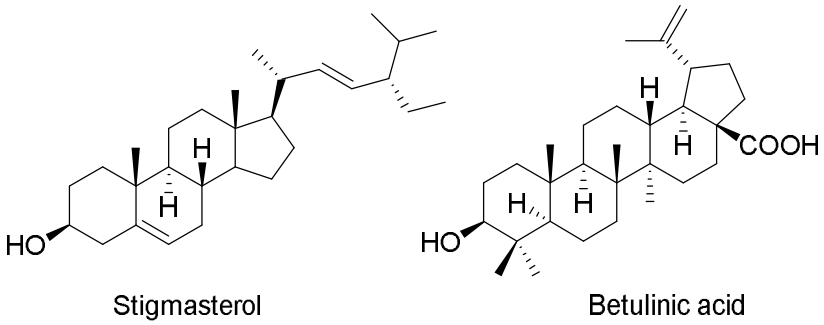


Figure 23 : Différentes molécules identifiées dans les extraits du Moabi

1.4.7 Padouk (*Pterocarpus soxauxii*)

Le Padouk d'Afrique, autrefois connu sous le nom de bois de santal ou de bois de teinture rouge, est une espèce du genre *Pterocarpus* de la famille des Fabacées. Cette espèce pousse en Afrique tropicale et équatoriale. Son écorce est utilisée pour faire un pigment végétal en poudre d'une couleur rouge ou pourpre. L'espèce est présente au Nigeria, au Cameroun, en Centrafrique, en Guinée-équatoriale, au Gabon, au Congo-Brazzaville, au Congo-Kinshasa et en Angola (Jansen., 2016). En raison de sa résistance à l'eau, son bois est utilisé pour de nombreux usages : la construction de pirogues, la sculpture de meubles, l'ébénisterie et divers objets traditionnels. Le bois a une qualité élevée de résonance, présentant un faible amortissement des vibrations, sa durabilité élevée, en fait un excellent bois pour la construction, la charpenterie, les menuiseries extérieures, la parqueterie, les escaliers, les traverses de chemin de fer et la construction navale. Le duramen est une source de colorants pour la teinture de Padouk. En Afrique, cette teinture est toujours utilisée pour teindre en rouge des tissus, des fibres et des vêtements, tels que les ornements en fibres de raphia que l'on fabrique. Le bois réduit en poudre, passé au four avec une tranche de citron doux, est employé au Gabon sur les blessures et, mélangé avec de l'huile de palme, de l'huile de raphia ou du beurre végétal obtenu récemment par des graines de *Tieghemella africana* pour traiter les maladies de la peau. Des travaux ont permis d'identifier un ensemble de composés dans les extraits de duramen, dont les composés les plus importants se sont révélés être la deoxysantaline, l'homoptercarpine, la maackiaine, la prunetine, la pterocarine, le pterostilène, le santal et la santarubine (Surowiec *et al.*, 2004 ; Déon *et al.*, 1980 ; Jansen, 2005 ; Cardon, 2003 and 2006).

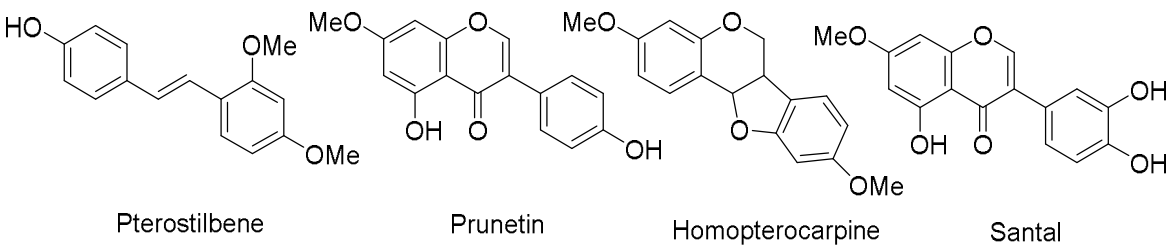


Figure 24 : Différentes molécules identifiées dans les extraits du Padouk

1.4.8 Okan (*Cylicodiscus gabunensis*)

Cylicodiscus gabunensis est une espèce d'arbre qui peut être à feuilles persistantes ou à feuilles caduques selon le climat dans lequel il se développe. Il présente une couronne hémisphérique qui peut devenir très large, et mesurer jusqu'à 60 m de haut. Le tronc cylindrique et droit peut avoir un diamètre de 2 m ou plus et ne pas avoir de branches jusqu'à 30 m. Il est gonflé à la base et parfois légèrement strié. L'arbre possède des épines marronnes quand il est jeune. On le trouve dans la zone forestière à partir de la Côte d'Ivoire jusqu'au Gabon et au Congo. Le bois est utilisé pour les constructions lourdes y compris la construction maritime. L'écorce remplace le savon et la décoction d'écorce administrée en lavement permet de soigner les maux d'estomac. Elle sert également d'antalgique, d'anti vomitif, à soigner les maladies vénériennes, le paludisme et les rhumatismes. Une macération de feuilles peut être utilisée contre la migraine (Ayarkwa., 2018). La gabunoside, saponine dérivée de triterpène, a été isolée des extraits d'écorce du tronc (Tene et al., 2011). Les acides cyclicodiscoside et cylicodione ont également été identifiés dans les extraits d'écorce (Tchivounda et al., 1990). La présence d'acide gallique, d'acide benzoïque et de gallate d'éthyle a été rapportée (Aldulaimi et al., 2017).

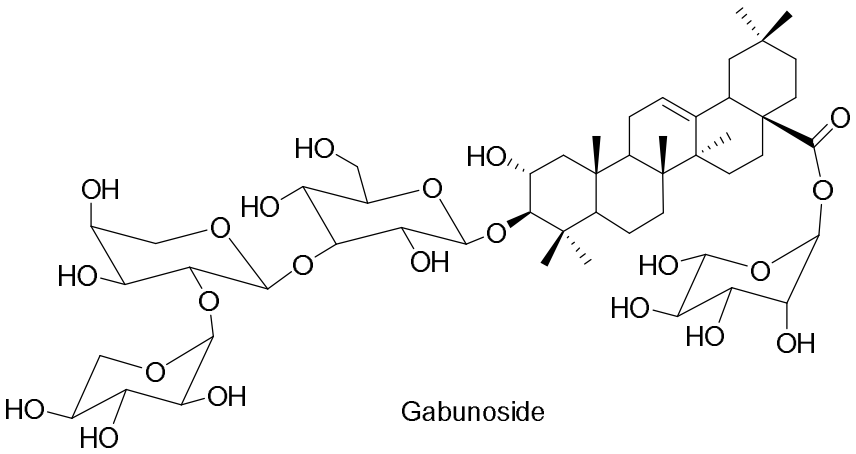
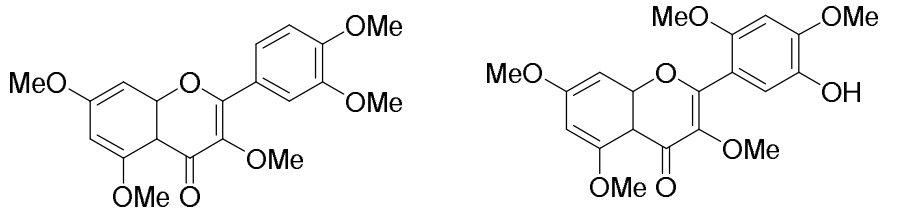


Figure 25 : Molécule identifiée dans l'extrait d'Okan

1.4.9 Movingui (*Distemonathus benthamianus*)

L'aire de répartition de *Distemonanthus benthamianus* s'étend de la Guinée, la Sierra Leone, le Cameroun, le Gabon jusqu'au Congo. Le bois, commercialisé sous l'appellation "movingui", "African satinwood" ou "yellow satinwood", répond à de nombreux usages allant de la construction lourde à la menuiserie : travaux hydrauliques, parquets à usage intensif, étais de mines, construction navale, charronnerie, traverses de chemin de fer, mobilier intérieur et extérieur, constructions agricoles, manches d'outils, cuves de produits chimiques, sculpture, tournage, placages. Le bois sert également de bois de feu et est utilisé pour la production de charbon de bois. L'écorce broyée est appliquée sur les affections cutanées telles que des furoncles et des abcès. Des décoctions d'écorce sont prisées en cas d'épilepsie, prescrites contre les palpitations et utilisées en lavement contre l'hépatite. On utilise également des décoctions d'écorce dans le bain ou en bain de vapeur pour traiter la bronchite, les rhumatismes, la fièvre et le paludisme (Owusu., 2012). La 3,5,3',4'-tetramethoxyquercetine, la 5'-hydroxy-3,5,7,2'4'-pentamethoxyflavone, la 5-hydroxy-3,7,2',3',4',6'-hexamethoxyflavone et la 5,6-dihydroxy-3,7,2',4',5'-pentamethoxyflavone ont été identifiées dans les extraits de duramen (Malan, Swinny, et Ferreira 1994); (Happi et Mpondo., 1994); (Malan et Naidoo 1980).



3,5,3',4'-tetramethoxyquercetin 5'-hydroxy-3,5,7,2',4'-pentamethoxyflavone

Figure 26 : différentes molécules identifiées dans les extraits de Movingui

1.4.10 Avodire (*Turraeanthus africanus*)

L'Avodiré est répandu depuis la Sierra Leone jusqu'à l'ouest de l'Ouganda, et vers le sud jusqu'aux forêts humides d'Afrique centrale et au nord de l'Angola. C'est un bois très prisé en ébénisterie pour la menuiserie décorative, les lambris ainsi que les placages tranchés (Owusu., 2018). En pharmacopée, les espèces de la famille des Meliaceae sont très utilisées pour traiter les maladies cardiovasculaires, des maux d'estomacs, des rhumatismes et l'asthme. Le fractionnement des extraits méthanoliques de l'écorce de *Turraeanthus africanus* a permis d'isoler deux alcaloïdes appelés Turraeanthine A et B (Vardamides et al., 2006). Une autre

étude a révélé la présence de stigmastérol, de sésamine et de la Turraeauthine C (Vardamides et al., 2008). Six molécules appartenant à la famille des diterpènes de labdane ont été isolées dans les extraits éthanoliques et à l'acétate d'éthyle de l'écorce ainsi qu'un stéroïde nommé turraeasterodionene. Le (Z)-15,16-epoxy-ent-labda-8(17),12-diene a montré une efficacité aussi bien contre les bactéries Gram+ que Gram- (Chenda et *al.*, 2014).

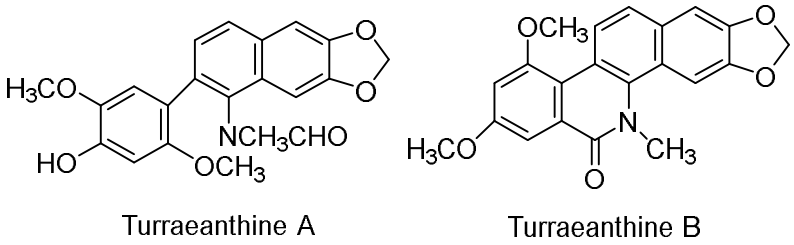


Figure 27 : Molécules identifiées dans les extraits de l'Avodire

1.4.11 Dibetou (*Lovoa trichilioides*)

Lovoa trichilioides ou Lovoa klaineana de la famille des Méliacée est une essence répandue de la Sierra Léone jusqu'à l'ouest de l'Ouganda, au nord-ouest de la Tanzanie et au nord de l'Angola. Elle est aussi répandue dans le bassin du Congo. Son bois est utilisé dans la construction navale, la fabrication de manches d'outils, la réalisation de parquets et en ébénisterie… (Louppe et Oteng-Amoako 2008). En usage traditionnel, la poudre d'écorce est utilisée pour traiter les maux de dents, on frictionne la poitrine de pâte d'écorce pour traiter les affections pulmonaires (Lovoa trichilioides (PROTA) — PlantUse Français). L'obacunol a été isolé de l'écorce et caractérisé sous forme de cristaux. Le cycloeucalenol a été identifié dans les extraits de duramen (Adesida et Taylor 1972).

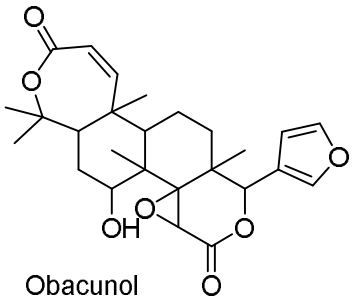


Figure 28 : l'Obacunol identifiée dans l'extrait du Dibetou

1.4.12 Ebene d'Afrique (*Diospyros crassiflora/mespiliformis*)

Diospyros crassiflora/mespiliformis est une essence à feuilles persistantes atteignant une hauteur de 15 à 50 m. Le tronc est arrondi, renforcé et présente une écorce gris-noir ou noire. L'écorce est lisse chez les jeunes arbres mais rugueuse avec des écailles régulières chez les plus vieux arbres (Chivandi et al., 2011). Plusieurs applications pharmacologiques sont connues à partir de cet arbre telle que la décoction de feuilles utilisée comme remède contre la fièvre, la coqueluche et les plaies. Les composés extraits des écorces et des racines sont utilisés pour les infections graves telles que le paludisme, la pneumonie, la syphilis, la lèpre et les mycoses de la peau (Dalziel, 1935; Adzu, 2002). L'écorce et les feuilles de l'arbre sont utilisées contre la diarrhée, les infections de la peau, les maux de tête, les maux de dents et autres douleurs similaires (Watt et al., 1962). Des travaux menés sur l'identification des molécules présentes dans les extraits du bois d'ébène d'Afrique ont permis d'isoler de l'acide bétulinique, du lupéol, la butiline et lupénone (Ietidal et al., 2009). La diosquinone a été identifiée dans les extraits d'écorce (Adeniyi et al., 2003), de même que la crassiflorone, la plumbagin, la cyclocanaliculatin et le gerberinol (Tangmouo et al. 2006).

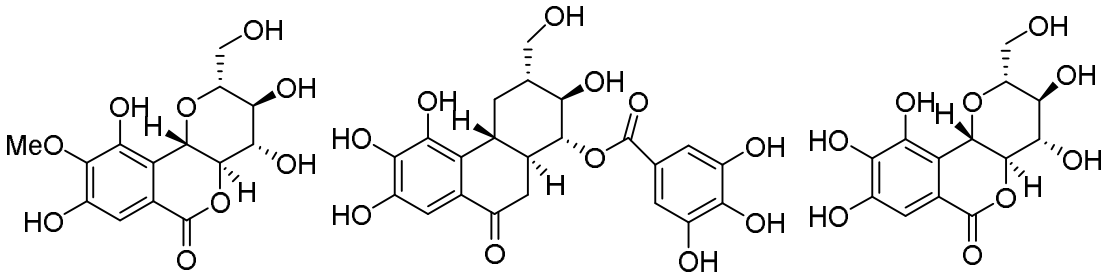
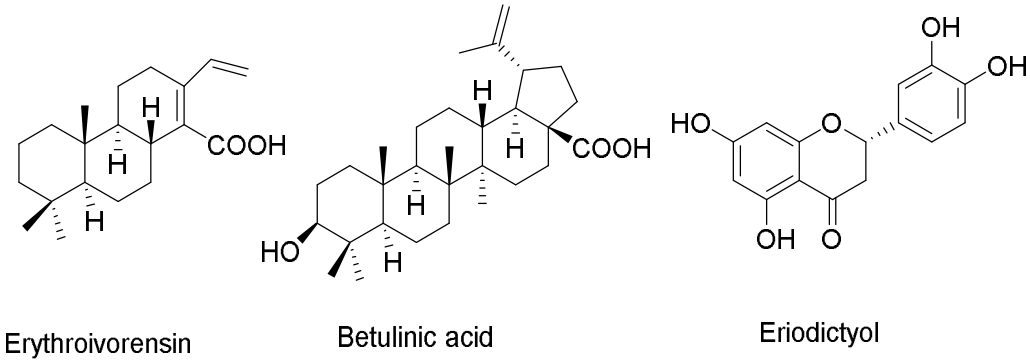


Figure 29 : Molécules identifiées dans les extraits d'Eben d'Afrique

1.4.13Tali (*Erythrophleum ivorense*)

Erythrophleum ivorense est présent de la Gambie à la Centrafrique et au Gabon. Son bois d'œuvre est commercialisé sous les appellations "erun", "missanda", "sasswood", "alui", "bolondo" ou "tali". C'est un bois assez dur et assez lourd, qui convient à la menuiserie, la parqueterie, les traverses de chemin de fer, les ouvrages portuaires, le tournage, la construction et les ponts. Il sert aussi en construction navale et pour la fabrication de moyeux. Il fait un

excellent charbon de bois et un bon bois de feu. En Sierra Leone et en Côte d'Ivoire, l'écorce est utilisée pour le tannage. L'écorce, commercialisée sous l'appellation écorce de tali, "sassy-bark", "mancona bark" ou "casca bark", a également plusieurs usages médicinaux. L'extrait d'écorce s'ingère en Sierra Leone comme vomitif et laxatif. En application externe, il permet de soulager les douleurs. En Côte d'Ivoire, on frictionne la peau avec de l'eau dans laquelle a été écrasée de l'écorce de jeunes rameaux d'*Erythrophleum ivorense* pour traiter la variole (« Erythrophleum ivorense (PROTA) — PlantUse Français »). Deux alcaloïdes, la norcassaide et lanorerythrosuaveolide ont été isolés et caractérisés des extraits d'écorce (Ngounou et al., 2005). L'acide 6-α-hydroxy-cassamique et son ester méthylique, le 4-β-carbomethoxy-14-methyltotarol, la 6-α-hydroxynorcassamine et la 8,9-deshydro-nor-cassamine ont été isolés de l'écorce (Dade et al., 2015). D'autres travaux ont permis d'isoler l'erythroivorensin (Armah et al., 2015) et l'erythrosuavine des extraits d'écorce (Manfouo et al.,2005). La suaveolensone A (stilbenoïde) et la suaveolensone B (flavanonol), toutes deux dotées de propriétés antioxydantes, ont été identifiées et caractérisées dans l'écorce (Ngoupayo et al.,2015).



Erythroivorensin Betulinic acid Eriodictyol

Figure 30 : Molécules identifiées dans les extraits du Tali

1.4.14 Acajou (*Khaya ivorensis*)

Khaya ivorensis est réparti de la Côte d'Ivoire jusqu'au Cameroun et à Cabinda (Angola) ; il est présent aussi au Gabon, au Liberia, en Centrafrique et au Congo. Le bois, commercialisé sous les noms d'acajou d'Afrique ou d'African mahogany, est tenu en haute estime en ébénisterie, pour la fabrication de meubles, de boîtes et de coffrets décoratifs, et pour les placages. Il est aussi couramment utilisé pour les encadrements de fenêtres, les panneaux, les portes et les escaliers. Il convient également pour de nombreux autres usages : constructions légères, revêtements de sol, construction navale, châssis de véhicules, instruments de musique, jouets … et est adapté pour la sculpture et le tournage. L'acajou est très demandé pour la

fabrication des fonds ou des éclisses des guitares acoustiques, car on lui prête de bonnes caractéristiques acoustiques. L'écorce, de saveur amère, est couramment utilisée en médecine traditionnelle. Les décoctions d'écorce se prennent pour traiter la toux, la fièvre et l'anémie, et en usage externe, elles s'appliquent sur les plaies, les écorchures, les ulcères et les tumeurs, ainsi que comme antalgique pour traiter les douleurs rhumatismales et les lumbagos. La pâte de racine s'applique en lavement pour traiter la dysenterie. En usage externe, les jeunes pousses et les feuilles broyées s'appliquent en guise d'antalgique. Les graines sont utilisées pour la production de savon ((« Khaya ivorensis (PROTA) — PlantUse Français »). Différentes molécules ont été isolées et caractérisées dans diverses parties de l'arbre. Le methyl angolensate, le 2-hydroxy-fissinolide, le 7-deacetoxy-7-oxogedunin, le 3-deacetyl khivorin, le methyl-6-hydroxy angolensate, le 2-acetoxy fissinolide et le mexicanolide ont été caractérisés dans l'écorce de racine de l'arbre (Taylor 1977). Des limonoïdes ont été identifiés : le 1-0-deacetyl-6-deoxykhayanolide E, le 1-0-deacetyl-2α-hydroxykhayanolide E, le 3-acetyl-khayalactone, de même que le composé de méthyl ivorensis (Zhang et al., 2009). Six limonoïdes regroupés sous l'appellation d'ivorénoïde A-F ont été caractérisés de l'extrait de la tige du khaya ivorensis (Wu et al., 2014). Des monomères de fisétinidine, gallocatéchine et de trihydroxyflavan ont été identifiés dans le bois (Bikoro Bi Athomo et al., 2018). (Abdelgaleil, Hashinaga, et Nakatani 2005).

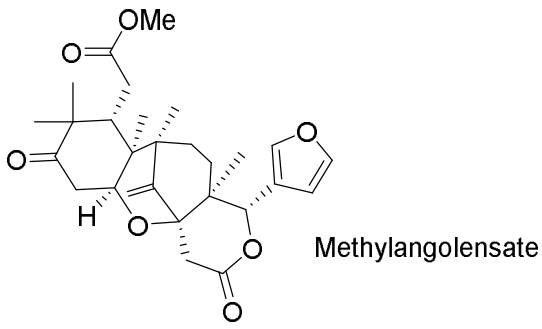


Figure 31 : Methylangolensate identifiée dans l'extrait d'Acajou

1.4.15 Olon (*Zanthoxylum heitzii*)

Zanthoxylum heitzii est présent depuis le sud du Cameroun et la Centrafrique jusqu'au Gabon et à la province du Bas-Congo en R.D. du Congo, avec un diamètre de 55 à 80 cm. Le bois est commercialisé sous le nom d'olon" ou "olon léger", il convient pour la construction légère, la parqueterie légère, la menuiserie, les boiseries intérieures, les moulures, la construction navale,

les meubles, l'ébénisterie, les jouets, les articles de fantaisie, la caisserie, le tournage, les placages, le contreplaqué, les panneaux de fibres et de particules. Il est employé localement pour la confection de canoës, de tambours et de ruches. Il sert également parfois de bois de feu. Utilisé en médecine traditionnelle, l'écorce de la tige en application externe sert d'antipaludéen au Cameroun, au Congo pour soulager les maux de dents et au Gabon, l'application externe en lotion sert à lutter contre les rhumatismes et la raideur. La macération de jeunes ramilles dans du jus de citron soigne les troubles cardiaques (Zanthoxylum heitzii (PROTA) PlantUse Français). Des molécules comme le lupeol, la lipeone, la faragamide, la nitidine, le béta-sitostérol, la furoquinoline, la skimmianine et le chlorure de 6-methylnitidine ont été identifiées (Bongui et al., 2005). Dans une étude on n'a pu mettre en évidence les composés majoritaires de l'écore de l'Olon identifiés comme la dihydronitidine, l'oxyde de caryophyllène et le sésamin de lignane (Moussavi et al.,2015). Deux lignanes, le méso -2,3-bis (3,4,5-trimethoxybenzyl)-1,4-butanediol et le 4-acétoxy-2,3,-bis (3,4,5-trimethoxybenzyl)-1-butanol, ont été caractérisés de l'écorce (Ngouela, Tsamo, et Connolly 1994). Diverses molécules ont été caractérisées à savoir l'heitziquinone, la benzophénanthridine, l'isoarnottianamide, la rhoifoline B, l'isobauerenol, la 6-hydroxypellitorine, la sylvamide avec la pellitorine qui est toxique au contact des larves de crevette (Wangensteen et al., 2016).

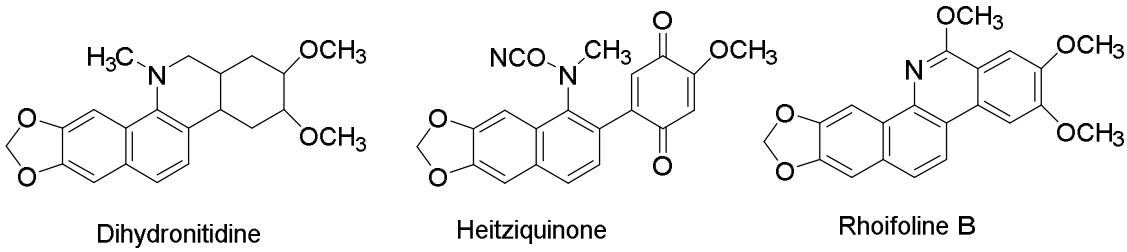


Figure 32 : Molécules identifiées dans les extraits d'Olon

1.5 La chimie du bois

La chimie du bois, basée sur la valorisation des molécules qui composent le bois, est en plein essor. Souvent méconnue, cette filière est pourtant considérée comme une filière d'avenir pour de nombreux acteurs économiques et une source de valeur ajoutée pour l'industrie du bois. En témoignent différents exemples de valorisation existant déjà dans certains pays.

Bien que la chimie du bois ne soit pas une filière novatrice, son essor à grande échelle apparaît avec l'ère industrielle au XIX^{e} siècle, en particulier avec l'émergence du secteur papetier. Les papetiers, à la recherche d'autres sources de fibres, se sont rapidement tournés vers cette ressource abondante qu'est la forêt. Au départ de procédés mécaniques de séparation des fibres, ils ont ensuite basculé vers des méthodes chimiques de purification de la cellulose. Afin d'obtenir une purification optimale des fibres, il était nécessaire de connaitre les composés du bois et d'en comprendre sa structure chimique. Ces connaissances ont ouvert les portes au développement de diverses techniques de valorisation. Au XIX^{e} siècle, l'essor de la carbonisation du bois a notamment permis la production de méthanol, d'acétone, d'acide acétique et d'huiles de goudrons que l'on retrouve dans des produits désinfectants ou de traitement du bois.

Avant l'apparition de la pétrochimie, le bio raffinage du bois permettait l'extraction de molécules entrant dans la composition de nombreux produits. De même, la distillation du bois était une technique très utilisée qui consistait à isoler les composés organiques volatils (COV) tels que l'acide acétique, l'acétone ou le méthanol. On appelait d'ailleurs le méthanol « alcool de bois » ou « esprit-de-bois ».

Avec la montée de la pétrochimie et de la chimie de synthèse, ces différentes méthodes ont été abandonnées.

Aujourd'hui, la volonté de nos sociétés de sortir de notre dépendance au pétrole pour des raisons écologiques et d'économie verte poussent les scientifiques et surtout les industriels à s'intéresser à nouveau au bois**.** On revoit en lui et en ses composés une source durable, abondante et renouvelable de produits et molécules (Pierre-Louis Bombek,2018)

CHAPITRE 2

Extractions, quantifications et caractérisation des extraits

2 Extractions, quantifications et caractérisation des extraits

Dans ce chapitre sont présentés les taux d'extraits obtenus à l'aide de différents solvants, les taux de phénols totaux et l'identification par GC-MS des composés présents dans les extraits.

2.1 Matériels et Méthodes

2.1.1 Produits

Le dichlorométhane (Carlo Erba, 99,9%), l'acétone (Prolabo, 99,9%), l'éthanol (Sigma-Aldrich,99,8%), le toluène (Prolabo chemicals, 100%), l'eau utilisée est de l'eau ultra pure obtenue à partir d'un équipement PURELAB option-Q (Elga), le méthanol (Carlo Erba, 99,9%), l'acide gallique (Sigma-Aldrich,97,5-102,5%), le 2,2-diphenyl-1-piccylhydrazyl [DPPH] (Sigma-Aldrich), le réactif de Folin-Ciocalteu utilisé pour le dosage des phénols totaux (Sigma-Aldrich), le N,O-bis(triméthylsilyl) trifluoroacetamide contenant 1% de triméthylchlorosilane [BSTFA/ 1% TMCS] (Acros) pour la dérivatisation des extraits avant injection en GC-MS ont été utilisé sans autres purification pour la réalisation des différentes manipulations.

Matériel végétal

Le matériel végétal a été obtenu à partir des connexes des quatre essences (Azobé, Iroko, Tali et Dabéma), échantillonnées au Nord du Gabon auprès d'un exploitant forestier, la société OLAM Gabon située dans la périphérie de la ville de Bitam. Ces quatre essences ont été choisies d'une part du fait de leur forte exploitation dans l'industrie de la première transformation du bois au Gabon, mais aussi d'autre part pour leurs utilisations traditionnelles et la quantité importante de connexes qu'elles génèrent.

2.1.2 Méthodes (Extraction des sciures)

Différentes parties des échantillons de bois (aubier, duramen écorce) ont été prélevées à partir des connexes échantillonnés au Gabon pour les quatre essences puis séchées à l'étuve à 103° C durant 72h. Après séchage, les échantillons sont broyés à l'aide d'un broyeur de type FRITSCH (pulurisette 9, vibrating cup Mill). La sciure obtenue est conditionnée dans des flacons fermés à l'obscurité avant d'être utilisée pour les extractions. 15 g de sciure sont mis dans des cartouches de Soxhlet de 25x80 avec 200 ml de solvant dans un ballon d'extraction (dichlorométhane, acétone, toluène-éthanol (50/50, v/v), eau, éthanol et eau-éthanol (50/50, v/v).

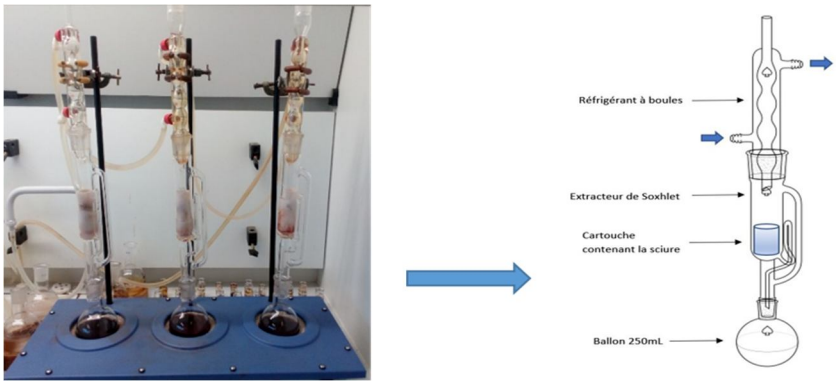


Figure 33 : Dispositif d'extraction au Soxhlet

Parallèlement aux extractions faites au Soxhlet, des extractions ont été réalisées avec un système d'extraction accélérée ASE 200 de la société DIONEX. Cet équipement permet d'effectuer des extractions plus rapides avec les mêmes solvants à des températures et pressions de 100° C et 100 bars respectivement. Avec ce système, l'extraction s'effectue en 15 minutes permettant un gain de temps et l'utilisation de faibles quantités de solvants comparées au Soxhlet ainsi que de moindre quantité de sciure (7g). A l'aspect rapidité d'extraction, s'ajoute l'automatisation des extractions et leurs reproductibilités, les conditions opératoires étant bien mieux contrôlées.

Chaque cycle d'extraction avec l'ASE 200 comporte plusieurs étapes :

- chargement de la cellule : la cellule contenant l'échantillon est mise dans le four et le mécanisme des aiguilles perce le flacon de récupération ;

- remplissage de la cellule : la cellule est remplie avec du solvant et lorsque celle-ci est pleine et le flacon de récupération rempli avec environ 1 mL de solvant, la vanne statique se referme et le débit s'arrête ;

- chauffage statique : la cellule est chauffée sous pression pendant 5 minutes pour s'assurer que l'échantillon a atteint l'équilibre thermique. Durant le chauffage, la vanne statique s'ouvre périodiquement pour maintenir la pression dans la cellule ;

- rinçage : Après extraction, la vanne statique s'ouvre, le solvant est de nouveau pompé dans la cellule (50 à 100% du volume de la cellule), entraînant le transfert au contenu de la cellule d'extraction vers le flacon de récupération ;

- purge : le solvant restant est purgé à l'azote. Le flacon de récupération contient maintenant tout le contenu de la cellule d'extraction (Dionex - ASE 200, 2016)

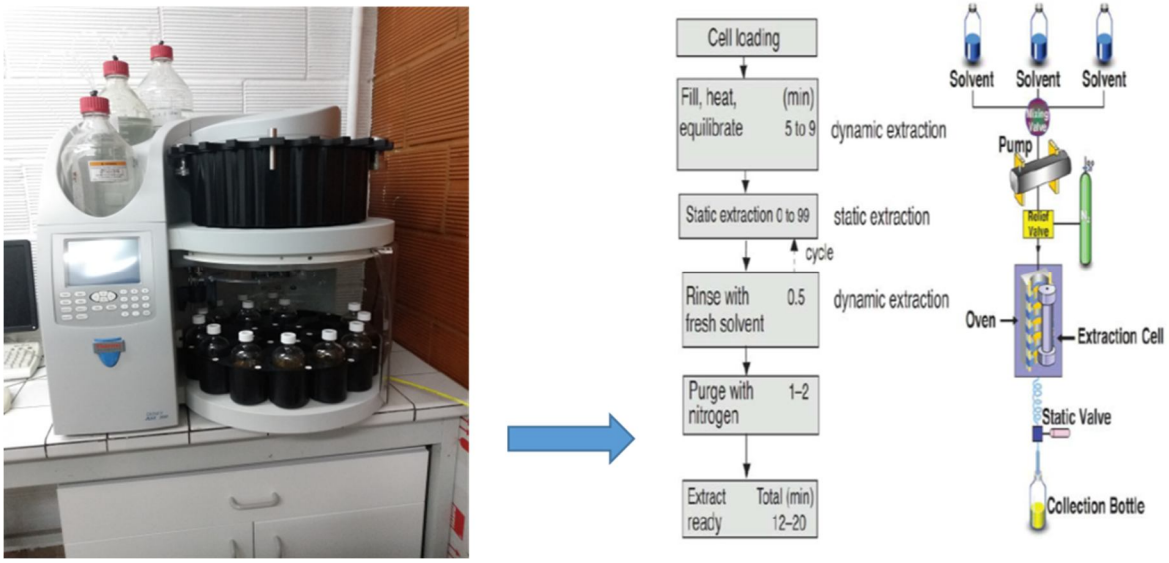


Figure 34 : Appareil et schéma du système d'extraction accélérée au Dionex (ASE)

Après les différentes extractions, les extraits aux solvants organiques sont évaporés sous vide à l'aide d'évaporateur rotatif de marque BUCHI (Switzerland). Les extraits aqueux sont lyophilisés à l'aide d'un lyophilisateur. Les extraits sont séchés au dessiccateur en présence de P_2O_5 jusqu'à masse constante du ballon, ce dernier ayant été préalablement taré. Tous les extraits bruts obtenus sont conservés à l'abri de la lumière jusqu'à leur utilisation.

Le taux d'extrait est déterminé par la formule suivante :

$$Taux\ d'extraits(\%) = \frac{m_{b+e} - m_b}{m_s} \times 100$$

Où m_{b+e} représente la masse du ballon contenant les extractibles, m_b la masse du ballon à vide et m_s la masse de sciure sèche.

2.2 Caractérisation des extractibles à la Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS)

La chromatographie en phase gazeuse utilisée pour la caractérisation des extraits de bois est un appareil PERKIN ELMER CLARUS 680 couplé à un spectromètre de masse PERKIN ELMER CLARUS SQ8.

Les conditions d'analyse sont indiquées ci-dessous.

Gaz vecteur : Hélium à 1mL.min^{-1}

Phase stationnaire : Capillaire diméthyl-/diphényl-polysiloxane (95%/5%) (30m, 0,25mm ; 0,25µm)

Volume injection : 3µL

Durée d'acquisition : 40min

Température injecteur : 250°C

Gradient de température du four :

80°C pendant 2min

10°C min^{-1} jusqu'à 190°C

15°C.min^{-1} jusqu'à 280°C - *palier de 5 min*

10°C min^{-1} jusqu'à 300°C - *palier de 14 min*

Les molécules séparées sont ensuite envoyées au spectromètre de masse *via* une ligne de transfert thermostatée à 250°C puis ionisées par impact électronique à 70eV. Les fragments obtenus sont ensuite classés en fonction de leur rapport masse/charge. L'ensemble est piloté par le logiciel TurboMass 6.1 qui dispose d'une base de données NIST MS Search 2.0 de 2011.
Les échantillons, sont préalablement dérivatisés par silylation avant injection. Pour cela, 2mg d'extraits environ sont pesés exactement dans un pilulier de 2mL auquel est ajouté 50µL de N,O-bis(triméthylsilyl)trifluoroacetamide (BSTFA), le pilulier est laissé à l'étuve à 70°C, bouchon fermé, pendant 24h. Cet agent de silylation va permettre de greffer des fonctions triméthylsilyle -Si(CH_3)$_3$ sur les groupements hydroxyles des molécules. Le pilulier est ensuite laissé ouvert à l'air libre pendant 24h afin d'évaporer l'excès de BSTFA rendant ces derniers plus volatiles. Enfin, 1mL d'acétate d'éthyle est ajouté aux extraits silylés dans le but de les solubiliser avant injection.

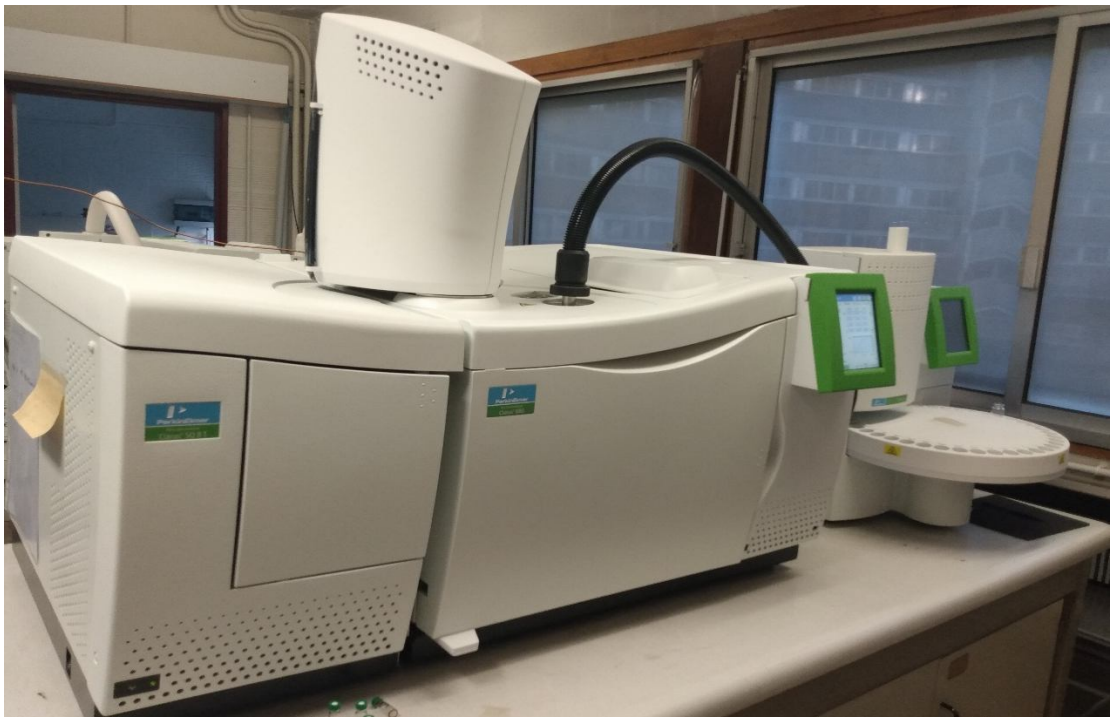


Figure 35 : Appareil GC-MS

2.3 Quantification des phénols totaux dans les extractibles

Le dosage des phénols totaux est réalisé par la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu. Les extraits sont dilués dans du méthanol qui permet de lire une absorbance finale comprise entre 0 et 1. Pour réaliser le dosage, 10 mL de réactif de Folin-Ciocalteu (dilué 10 fois dans de l'eau ultra pure) sont ajoutés à 0,5 mL d'extraits, auquel on ajoute 2,5 mL de carbonate de sodium (75 $g.L^{-1}$). Sachant que le carbonate de sodium est ajouté quelques minutes après ajout du réactif de Folin-Ciocalteu à l'extrait. Le blanc de la réaction ne contenant pas de polyphénol est réalisé avec du méthanol. Les mélanges réactionnels, correspondant à chaque point de la gamme de l'échantillon, sont agités et incubés pendant 5 min à 50°C dans un bain d'eau thermostaté. Après ce temps de réaction, les tubes à essais sont transférés dans un bain d'eau froide durant 5 min. Le mélange est laissé au repos pendant 60 minutes et l'absorbance est lue à 760 nm grâce à un spectrophotomètre UV-Visible (UV-2550, de la marque SHIMADZU). Une gamme étalon est réalisée avec l'acide gallique (6 points de concentrations de 0 à 100 mg L^{-1}). Le calcul de la concentration moyenne des polyphénols présents dans les extraits est déterminé à l'aide de la courbe d'étalonnage en mg équivalents d'acide gallique/g d'extraits (Scalbert et al., 1989).

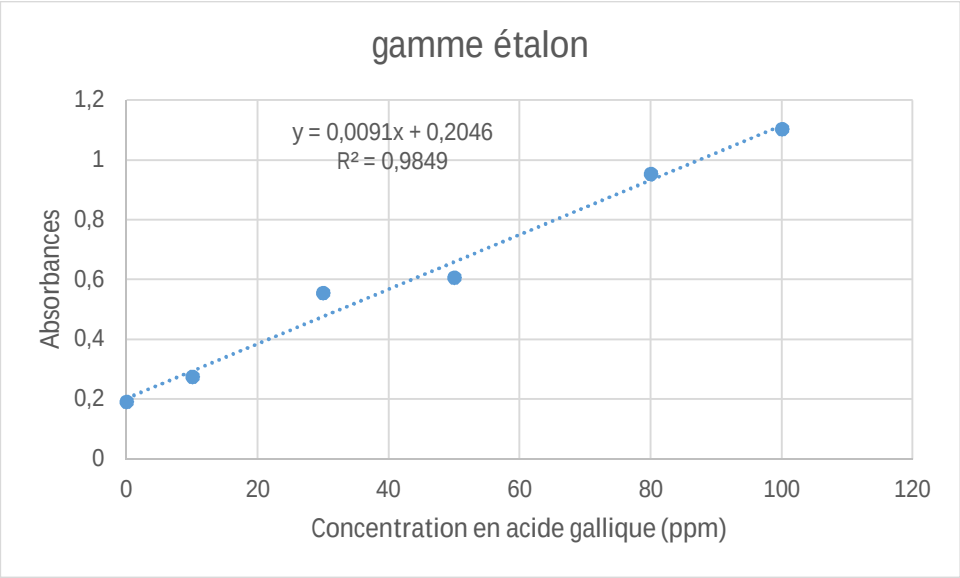


Figure 36 : Courbe d'étalonnage : absorbance à 760 nm de différentes concentrations en acide gallique

2.4 Résultats et Discussions

2.4.1 Comparaison des taux d'extraits obtenus au Soxhlet et au Dionex

Différents types d'extractions ont été réalisés sur plusieurs échantillons. Des extractions successives dans un premier temps, impliquant l'utilisation de différents solvants de polarité croissante (dichlorométhane, acétone, mélange toluène-éthanol (2/2, v/v) puis eau) visant à fractionner les différentes familles de composés en fonction de la polarité.

Ces extractions ont été réalisées avec deux techniques différentes à des fins de comparaison : au Soxhlet et au Dionex. Puis dans un second temps, nous avons également réalisé des extractions en parallèle à l'aide de solvants plus compatibles avec les attentes industrielles dans le cas d'une valorisation ultérieure des extraits. Trois solvants ont été retenus à cette fin : l'eau, l'éthanol et le mélange eau/éthanol (50/50, v/v).

2.4.1.1 Extractions successives

Cas de l'Azobé

Les résultats concernant l'extraction des différents compartiments (aubier, duramen et écorce) sont rapportés dans le tableau 1.

Tableau 1 : Taux d'extraits des différents compartiments d'Azobé

Solvants	Méthode d'extraction	Taux d'extraction (%)		
		Ecorce	Aubier	Duramen
Dichlorométhane	Soxhlet	0,9±0,05	0,2±0,1	0,3±0,05
Acétone	Soxhlet	9,97±0,5	2,4±0,1	3,76±0,4
Toluène-éthanol	Soxhlet	2,4±0,5	0,8±0,5	3,6±0,5
Eau	Soxhlet	4,72±1,5	1,5±00	1,6±0,2
Total	Soxhlet	**17,99**	**4,9**	**9,26**
Dichlorométhane	Dionex	1,1±0,3	0,3±0,6	0,3±0,4
Acétone	Dionex	10±0,2	2,8±0,2	3,7±0,4
Toluène-éthanol	Dionex	1,9±0,2	0,2±0,1	0,3±00
Eau	Dionex	17,5±0,8	3,2±0,1	4,1 ± 0,2
Total	Dionex	**30,5**	**6,5**	**8,4**

Il ressort des résultats obtenus que les rendements varient d'un solvant à un autre, mais aussi en fonction des parties de l'arbre extraites. Les rendements totaux montrent que l'écorce est la

partie qui renferme le plus d'extractibles, suivie du duramen et de l'aubier. Les taux d'extraits dépendent également de la méthode d'extraction. Les taux d'extraits sont pratiquement identiques quel que soit le type d'extraction avec le dichlorométhane, et l'acétone. Une différence s'observe entre les rendements au toluène-éthanol au niveau du duramen qui est plus élevé au soxhlet et plus faible au Dionex. Ce résultat peut être dû au temps plus court d'extraction avec le Dionex impliquant une dégradation moins importante des sciures par le solvant. Les extraits à l'eau sont plus importants suite à l'extraction au Dionex qu'au Soxhlet.

Après l'analyse des extraits d'Azobé, nous avons étudié ceux du bois de Tali.

Tableau 2 : Taux d'extraits des différents compartiments du Tali

Solvants	Méthode d'extraction	Taux d'extraction (%)		
		Ecorce	Aubier	Duramen
Dichlorométhane	Soxhlet	1,6±0,1	0,6±0,1	1,5±0,1
Acétone	Soxhlet	14,7±1,3	2,1±0,9	8,3±0,6
Toluène-éthanol	Soxhlet	4,7±0,2	1,0±0,2	3,1±0,2
Eau	Soxhlet	3,8±0,1	2,9±0,1	3,6±0,3
Total	Soxhlet	**24,8**	**6,6**	**16,5**
Dichlorométhane	Dionex	1,8±0,3	1,1±0,1	1,4±0,5
Acétone	Dionex	15,5±0,3	2,3±0,7	8,02±0,4
Toluène-éthanol	Dionex	4,8±0,2	1,1±0,8	2,3±0,5
Eau	Dionex	4,2±0,1	3,1±0,5	4,2 ± 0,2
Total	Dionex	**26,3**	**7,6**	**15,92**

L'analyse des rendements obtenus sur les différentes parties du bois de Tali, indique des taux d'extraits relativement importants pour tous les compartiments. Les taux globaux sont plus importants dans l'écorce, suivie du duramen et de l'aubier. On remarque aussi, que de tous les solvants utilisés, c'est l'acétone qui permet d'obtenir les taux d'extraits les plus élevés suivi du mélange toluène-éthanol puis de l'eau.

Cas du Dabéma

Tableau 3 : Taux d'extraits des différents compartiments du Dabéma

Solvants	Méthode d'extraction	Taux d'extraction (%)		
		Ecorce	Aubier	Duramen
Dichlorométhane	Soxhlet	2,2±0,1	0,4±00	0,3±00
Acétone	Soxhlet	1,3±0,1	2,7±0,3	3,5±0,1
Toluène-éthanol	Soxhlet	3,9±0,2	3,2±0,2	5,4±0,3
Eau	Soxhlet	4,2±0,4	2,5±00	1,3±0,1
Total	Soxhlet	**11,6**	**8,8**	**10,5**
Dichlorométhane	Dionex	3,5±0,7	0,5±0,34	0,3±00
Acétone	Dionex	1,9±0,1	2,1±0,1	1,7±0,2
Toluène-éthanol	Dionex	1,2±0,3	3,6±0,6	5,2±0,8
Eau	Dionex	5,8±0,2	2,2±0,4	2,8±0,3
Total	Dionex	**12,4**	**8,4**	**10**

Les rendements obtenus avec les différentes extractions effectuées sur chaque partie de bois de Dabéma, montrent que nous avons la même tendance. Le résultat montre plus d'extraits au niveau de l'écorce, puis le duramen et enfin l'aubier. Les taux d'extraits obtenus sont assez proches les uns des autres quelle que soit la méthode employée pour effectuer l'extraction. Ainsi, on peut dire que dans le cas du Dabéma, les deux méthodes d'extraction conduisent à des résultats similaires.

Cas de l'Iroko

Tableau 4 : Taux d'extraits des différents compartiments de l'Iroko

Solvants	Méthode d'extraction	Taux d'extraction (%)		
		Ecorce	Aubier	Duramen
Dichlorométhane	Soxhlet	3,0±0,4	0,7±0,5	0,5±1,2
Acétone	Soxhlet	3,1±0,4	2,5±0,9	8,9±0,9
Toluène-éthanol	Soxhlet	0,5±0,1	0,5±0,2	1,5±0,1
Eau	Soxhlet	4,5±0,4	3,3±0,4	3,8±0,3
Total	Soxhlet	**11,1**	**7**	**14,7**
Dichlorométhane	Dionex	3,1±0,3	0,7±0,9	0,3±0,4
Acétone	Dionex	3,9±0,4	2,7±1,3	9,3±0,6
Toluène-éthanol	Dionex	0,9±0,1	0,6±0,8	1,6±1,2
Eau	Dionex	4,8±0,2	3,6±0,5	4,7±0,8
Total	Dionex	**12,7**	**7,6**	**15,9**

Il ressort du tableau 4 que le taux d'extraits varie à nouveau d'un solvant à un autre, et d'une partie de l'arbre à une autre. On enregistre contrairement aux trois essences précédentes, des

taux globaux plus élevés au niveau du duramen qu'au niveau de l'écorce. Les taux d'extraits obtenus au niveau du duramen sont de l'ordre de 10 % à l'acétone, le taux global impliquant les différents solvants avoisine les 15%.

D'une manière générale, les quatre essences retenues dans notre étude présentent des taux d'extraits relativement importants pouvant laisser présager une valorisation matière à partir des connexes produits par la première transformation.

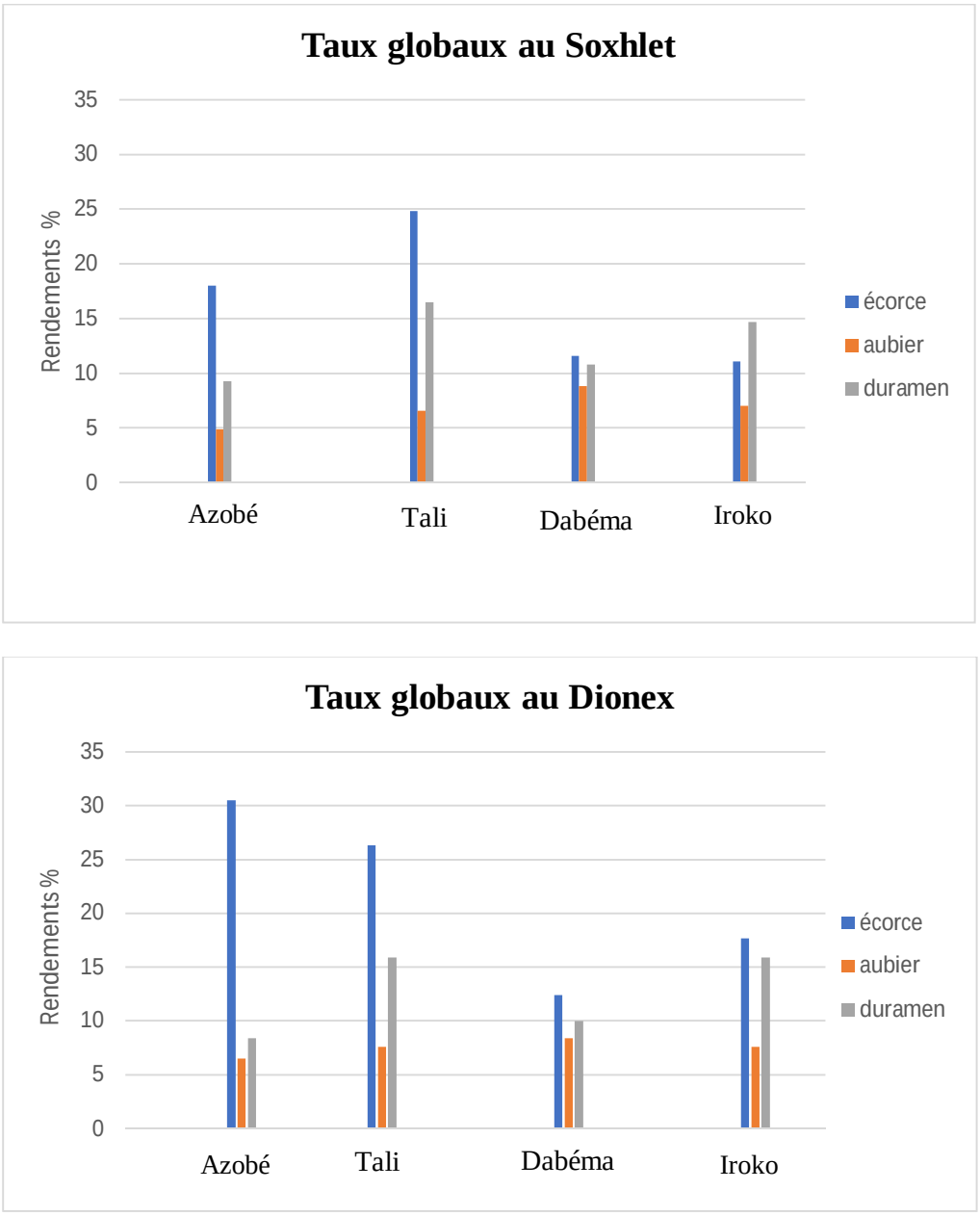


Figure 37 : Taux globaux en fonction des différents compartiments de l'arbre des quatre essences étudiées

2.4.1.2 Extraction en parallèle

Des extractions en parallèle réalisées au Soxhlet avec l'éthanol, le mélange éthanol-eau (50/50, v/v) et l'eau ont été réalisées dans l'objectif de pouvoir obtenir des résultats directement transposables, dans le milieu semi-industriel ou artisanal. En effet, contrairement aux essais réalisés en laboratoire, très peu de solvants sont autorisés pour l'extraction de biomolécules à partir de différentes matières végétales dans l'industrie. Dans tous les cas, les solvants autorisés doivent être peu et si possible d'origine renouvelable.

Les résultats des extractions en parallèles avec des solvants hydroalcooliques pour les différentes essences sont rapportés dans le tableau 5.

Tableau 5 : Teneur en extrait des quatre essences au Soxhlet

		Taux d'extraction (%)		
Essence	Solvant	Ecorce	Aubier	Duramen
Azobé	Ethanol	23,4±0,4	8,2±0,2	10,8±0,7
Azobé	Ethanol-eau	21,6±0,6	5,5±0,3	19,5±0,5
Azobé	Eau	12,3±0,5	05±00	09±0,2
	Total	**53,3**	**18,7**	**39,3**
Tali	Ethanol	21,3±0,4	10,8±0,5	18,2±0,6
Tali	Ethanol-eau	24,2±0,2	8,4±0,7	19,5±0,3
Tali	Eau	10,5±0,8	5,1±0,6	8,1±0,4
	Total	**56**	**24,1**	**45,5**
Dabéma	Ethanol	23,4±0,9	9,2±0,2	15,8±0,7
Dabéma	Ethanol-eau	21,2±0,6	5,5±0,3	19,5±0,9
Dabéma	Eau	9,2±0,6	4±0,6	7,2±0,6
	Total	**53,8**	**18,7**	**42,5**
Iroko	Ethanol	26,3±0,4	7,4±0,5	23,2±0,6
Iroko	Ethanol-eau	24,2±0,2	5,6±0,7	19,5±0,3
Iroko	Eau	11,5±0,8	4,2±0,6	9±0,4
	Total	**62**	**17,2**	**51,7**

Il ressort des analyses des différents taux d'extraits obtenus, avec les extractions en parallèle à l'éthanol, éthanol-eau et eau que tous les compartiments du bois ne présentent pas les mêmes teneurs d'extraits.

Indépendamment de la nature du compartiment extrait, l'éthanol et le mélange éthanol-eau induisent toujours à des taux d'extraits plus importants que l'eau. Ce constat peut probablement

s’expliquer par l’aptitude de l’éthanol à extraire aussi bien des composés hydrophiles solubles en phase aqueuse qu’hydrophobes solubles en phase organique. Dans les quatre essences, les taux d’extraits sont plus importants dans les écorces avec des valeurs comprises entre 20 et 26 % pour les extractions à l’éthanol ou avec le mélange éthanol-eau. Le duramen, comme attendu, est le deuxième compartiment contenant des extraits en quantités importantes avec des quantités moyennes entre 15 et 20 % et enfin, l’aubier est celui qui renferme les taux d’extraits les plus faibles. Il est toutefois important de noter, que les taux d’extraits de l’aubier restent relativement importants avec des valeurs moyennes entre 5 et 10 % pour les extractions à l’éthanol et avec le mélange eau/éthanol.

L’ensemble de ces résultats est en accord avec les données de la littérature concernant le rendement des bois tropicaux et des feuillus comme on peut le lire à travers les travaux de Huang avec ses collaborateurs (2009), mais aussi Mburu et al, 2007 ; Neya et al, 2004.

2.4.1.3 Caractérisation des extraits à la GC-MS

De manière à mieux cerner la composition chimique des extraits, un screening rapide des extraits a été réalisé par GC-MS. Même si cette technique ne permet pas d'identifier des molécules de masse moléculaire trop élevée et trop polaires, elle présente l'avantage d'être couplée à une base de données permettant d'identifier rapidement les molécules à partir de leur spectre de masse. Les noms des composés identifiés ont été donnés sans faire mention des groupements triméthylsilyle ajoutés pour dériver les extraits. Pour des raisons de compatibilité avec la technique chromatographique utilisée, seuls les extraits obtenus à l'éthanol ou avec le mélange eau/éthanol ont été analysés.

2.4.1.3.1 Azobé

Les chromatogrammes obtenus par analyse GC-MS des extraits éthanoliques des différents compartiments du bois d'Azobé sont représentés dans la figure 23 et les produits identifiés à partir de la base de données NIST rassemblés dans le tableau 6.

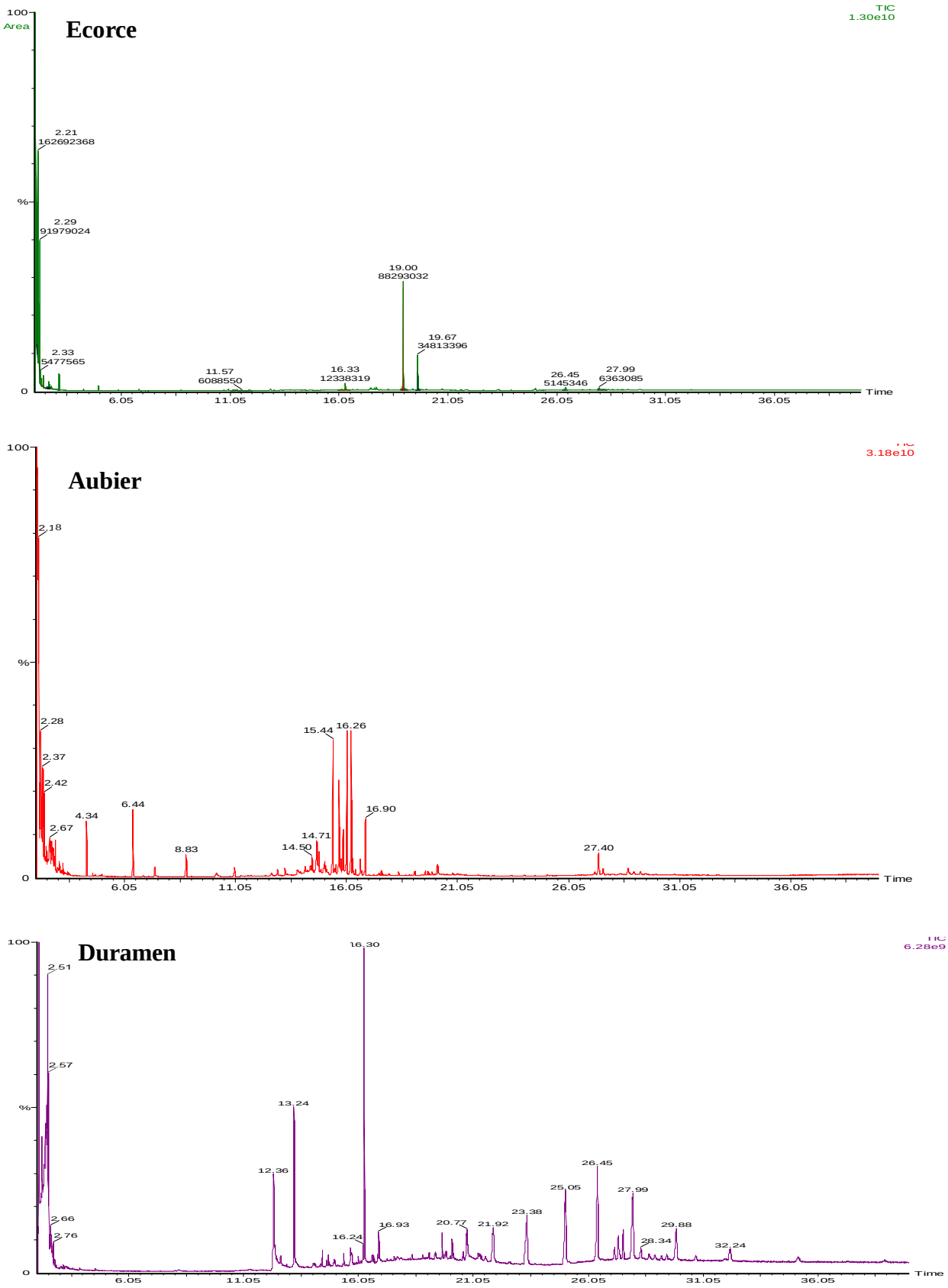


Figure 38 : Analyse GC-MS des extraits éthanoliques des différents compartiments de l'Azobé

Tableau 6 : Composés identifiés dans les extraits éthanoliques des différents compartiments de l'Azobé

Compartiments	Temps de rétention (min)	Composés identifiés	Pourcentage (%)
Ecorce	11,5	3-oxy-cholest-5-ene	5
	16,3	Acide palmitique	10
	19,0	Agidol 2	75
Aubier	14,7	D-(+)-Galactopyranose	2
	16,3	D-Pinitol	1
	16,9	Myoinositol	4
	27,4	Galactinol	1
Duramen	12,3	Acide butyrique	15
	13,2	Acide phenylhexatonique	3
	16,3	4-azido-2-nitrobutyrate de 2,6-di-t-butyl-4-methoxyphenyl ester	8

L'analyse des extraits a permis l'identification d'acides gras, de triterpènes et de sucres en fonction des différents compartiments du bois. L'écorce a permis l'identification d'acides gras comme l'acide palmitique et de stérol dont le 3-oxy-cholest-5-ène et un composé phénolique l'Agidol 2 en quantité importante qui pourrait toutefois correspondre à une pollution de notre échantillon du fait de sa structure proche de celle d'antioxydants de synthèse. L'aubier est riche en sucres et cyclitols, correspondant à des produits couramment rencontrés dans ce compartiment résultant de l'activité biologique de l'arbre (Dumschott et al., 2019). Cela peut expliquer l'abondance relative du D-pinitol dans les nœuds les plus élevés de l'arbre, où une plus grande proportion du bois subit une croissance secondaire active en comparaison des nœuds plus bas dans la tige. L'analyse des extraits de duramen est assez décevante, puisque seulement quelques acides ont pu être identifiés. Aucun constituant de type flavonoide ou polyflavonoide (Murakami et al.,1991; Tih et al., 1992; Murakami et al., 2014; Abderamane et al.,2014) n'a pu être identifié dans le duramen et l'écorce. La technique chromatographique

utilisée est probablement inadaptée à la détection de ce type de composés qui seraient plus facilement caractérisables par chromatographie liquide.

2.4.1.3.2 Tali

Les chromatogrammes obtenus par analyse GC-MS des extraits éthanoliques et eau/éthanol des différents compartiments du bois de Tali sont représentés dans la figure 24 et 25 puis les produits identifiés à partir de la base de données NIST rassemblés dans le tableau 7 et 8.

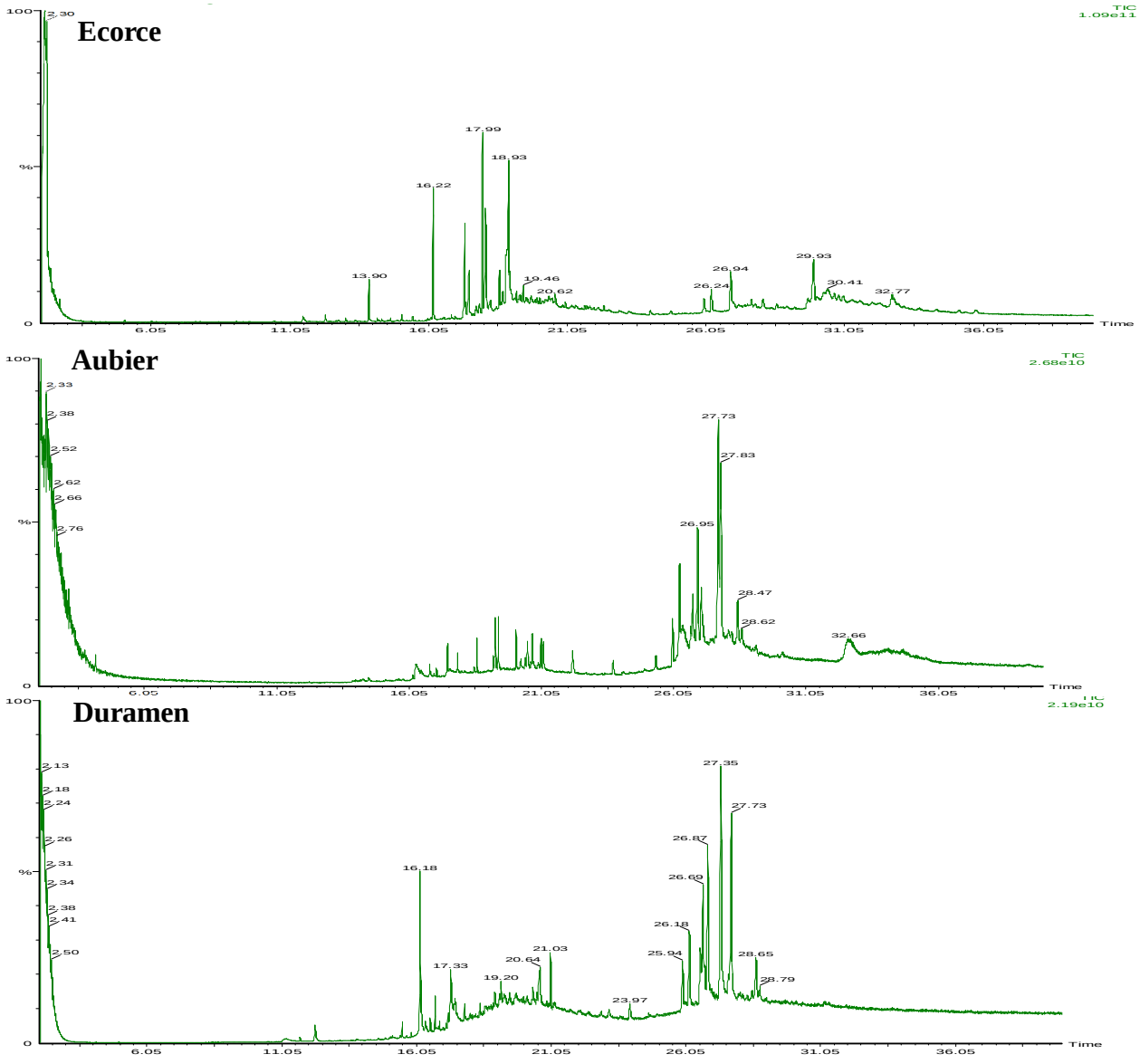


Figure 39 : Analyse GC-MS des extraits éthanoliques des différents compartiments du Tali

Tableau 7 : Composés identifiés dans les extraits éthanoliques des différents compartiments du Tali

Compartiments	Temps de rétention (min)	Composés identifiés	Composition (%)
Ecorce	16,2	Acide hexadecanoique	4
	17,9	Acide pimarique	13
	18,9	Fenretinide	5
	26,9	Stigmastérol	2
	29,9	Pivalate de 3,5-dehydro-6-methoxy-cholest-22-ene-21-ol	5
	32,7	25-hydroxycholestérol	3
Aubier	26,0	Campestérol	3
	26,2	Stigmastérol	8
	26,9	.β-Sitostérol	6
	27,7	Cycloeucalenol	1
	28,4	Acide linoleique	3
Duramen	16,1	Acide palmitique	18
	25,9	Campesterol	4
	26,1	Stigmasterol	9
	27,3	Acetate de cycloeucalenol	3
	28,6	24-Methylenecycloartanol	2
	29,7	1-Monolinoleoylglycerol	7

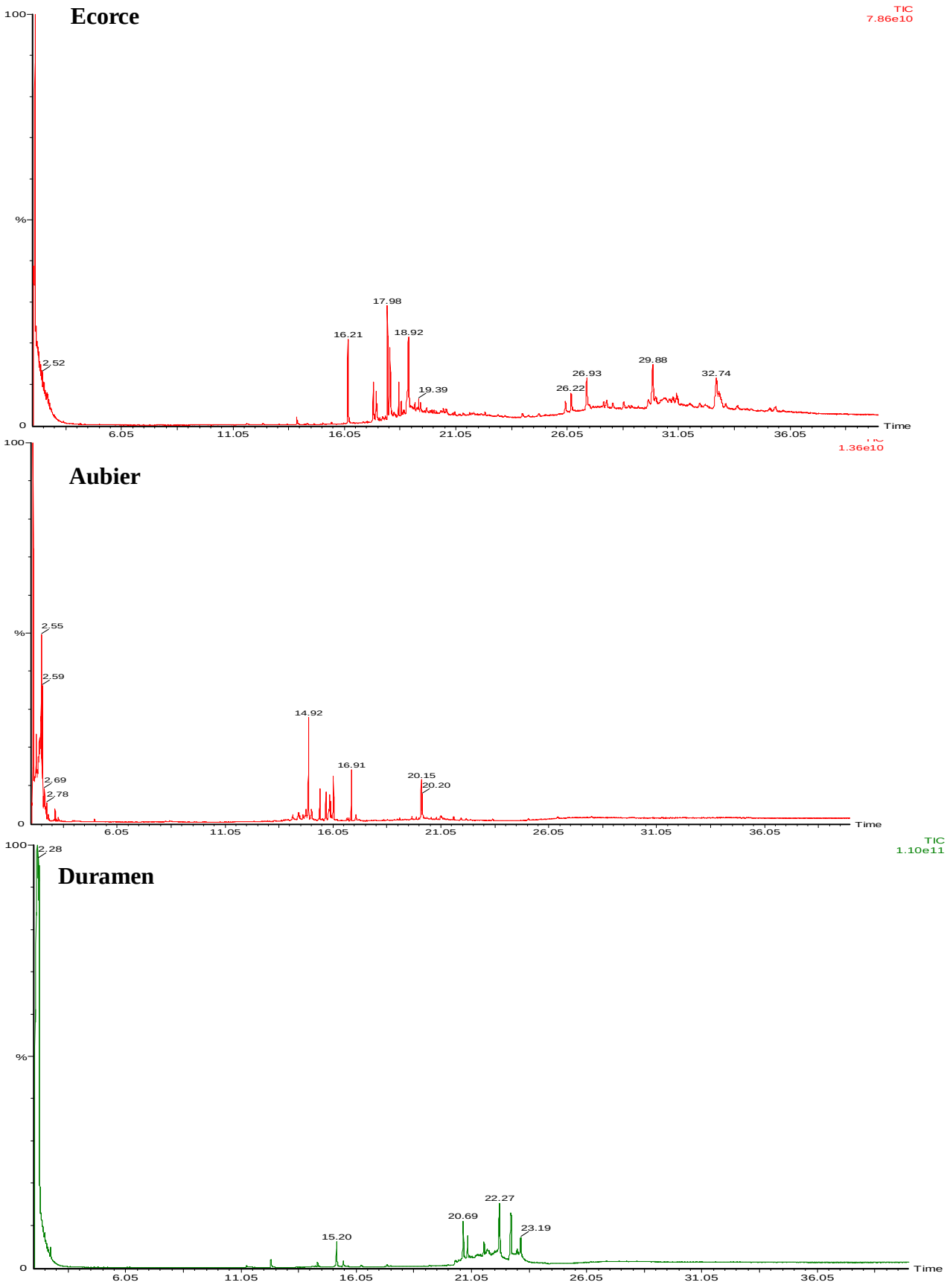


Figure 40 : Analyse GC-MS des extraits eau/éthanol des différents compartiments du Tali

Tableau 8 : Composés identifiés dans les extraits eau/éthanol des différents compartiments du Tali

compartiments	Temps de rétention (min)	Composés identifiés	Composition (%)
Ecorce	16,2	Acide hexadécanoique	14
	17,9	Acide pimarique	9
	22,3	3-acetoxy-7,8-Epoxylanostan-11-ol	2
	26,9	Stigmasterol	6
	29,8	Acetate de cycloeucalenol	2
	32,7	25-hydroxycholesterol	11
Aubier	14,8	D-(-)-Fructopyranose	4
	14,9	D-Pinitol	12
	16,9	Myoinositol	2
	20,1	Sucrose	6
Duramen	22,2	Taxifoline (dihydroquercétine)	16
	23,1	Hydroxy matairesinol	5
	27,7	1-Monolinoleoylglycerol	6

L'analyse des extraits éthanoliques et hydro-éthanoliques des différents compartiments du bois de Tali a permis l'identification de triterpènes, d'acides gras et de sucres. L'écorce est riche en acide gras (palmitique et hexadécanoique), en triterpènes (stigmastérol et acétate de cycloeucalenol) quel que soit le solvant utilisé. L'extrait éthanolique de l'aubier est plus riche

en composés terpéniques et l'extrait eau/éthanol en sucre. Les extraits éthanoliques du duramen sont riches en acides gras et stérol, par rapport à l'extrait eau/éthanol. La taxifoline ou dihydroquercétine a été identifiée en 2013 par Saha Tchinda dans les extraits acétoniques de duramen. Les familles de composés identifiés (triterpene et flavonoide) sont en accord avec les résultats de la littérature concernant l'analyse des extraits de Tali, aucun composé de type diterpène n'a pu être identifié (Amah et al., 2015).

2.4.1.3.3 Dabéma

Les chromatogrammes obtenus par analyse GC-MS des extraits éthanoliques et eau/éthanol des différents compartiments du bois de Tali sont représentés dans la figure 26 et 27 puis les produits identifiés à partir de la base de données NIST rassemblés dans le tableau 9 et 10.

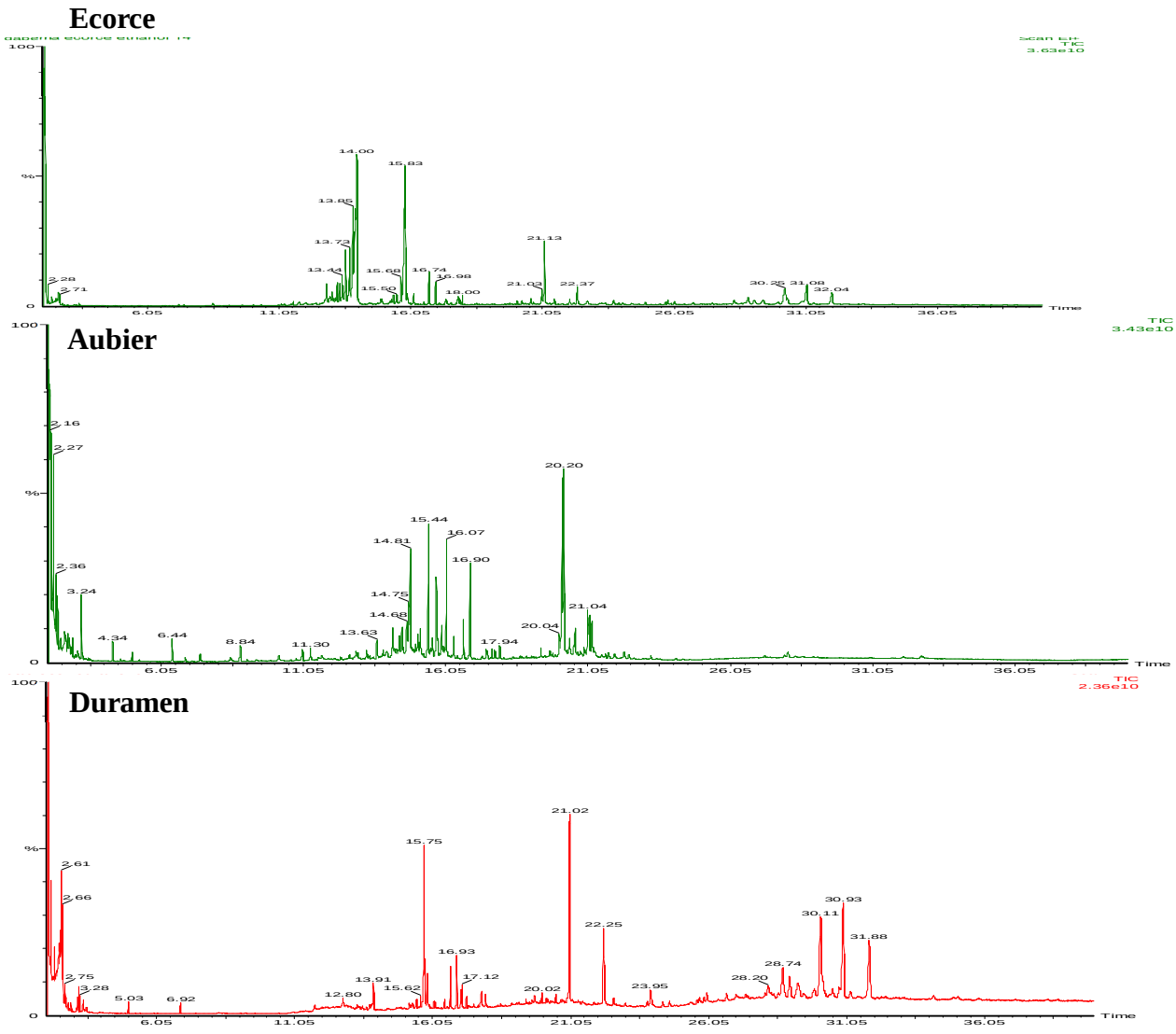


Figure 41 : Analyse GC-MS des extraits éthanoliques des différents compartiments du Dabéma

Tableau 9: Composés identifiés dans les extraits éthanoliques des différents compartiments du Dabéma

Compartiment	Temps de rétention (min)	Composés identifiés	Composition (%)
Ecorce	13,4	Ether L-Threitol	6
	13,7	L-(-)-Arabitol	6
	15,8	Sorbitol	7
	16,7	Acide palmitique	36
	21,0	Resveratrol	8
	21,1	D-(+)-Trehalose	3
	22,4	3-α-Mannobiose	7
	22,8	D-Lactose	31
Aubier	14,5	D-(-)-Fructofuranose	13
	14,8	D-(-)-Fructopyranose	8
	15,4	Galactopyranose	4
	16,9	Myoinositol	12
	20,2	D-(+)-Turanose	3
	21,0	Lactulose	3
	28,1	Stigmastérol	9
Duramen	13,9	Xylitol	12
	15,7	Mannitol	6
	16,9	Myoinositol	9
	17,1	Octadec-10-enoate de méthyle	5
	21,0	D-(+)-Trehalose	15
	22,3	D-(+)-Turanose	11
	24,0	β-DL-Arabinopyranose	12
	28,2	β-Sitostérol	16
	28,7	Lanostérol	8
	30,9	Lupéol	18
	31,9	Acétate de -24-methylene-9,19-cyclolanostan-3-ol (3β)	9

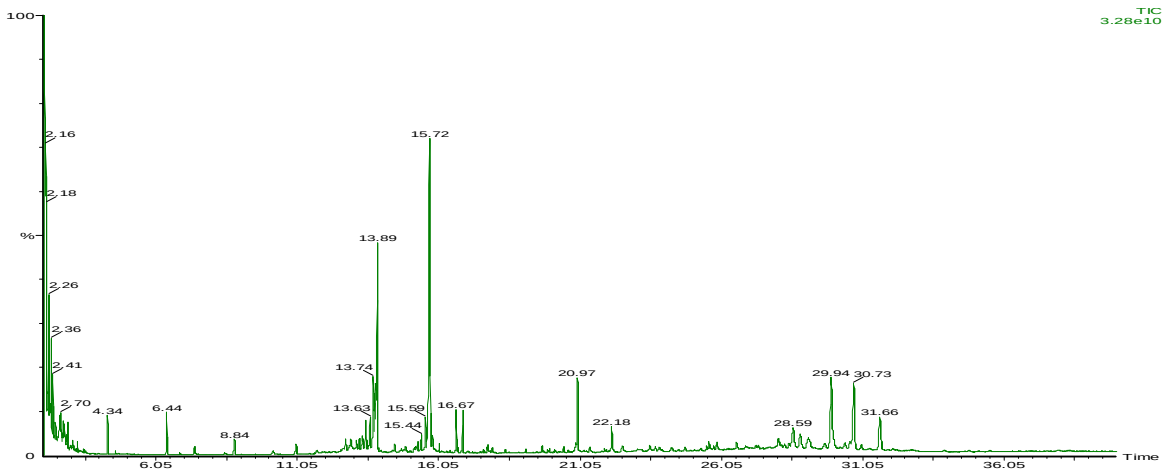


Figure 42 : Analyse GC-MS de l'extraits eau/éthanol d'écorce du Dabéma

Tableau 10: Composés identifiés dans les extraits eau/éthanol d'écorce du Dabéma

Temps de rétention (min)	Composés identifiés	Composition (%)
13,9	Xylitol	3
15,7	Mannitol	27
16,9	Myoinositol	44
17,1	10-Octadecenoate de méthyle	4
21,0	D-(+)-Trehalose	10
22,3	D-(+)-Turanose	4
24,0	β-DL-Arabinopyranose	4
28,2	β-Sitostérol	13
28,7	Lanosterol	11
30,9	Lupéol	16
31,9	Acetate de 24-methylene-9,19-cyclolanostan-3-ol (3β)	8

L'analyse des extraits éthanoliques et hydro éthanoliques des différents compartiments du Dabéma a permis de voir que l'écorce est riche en sucres dont l'arabitol, le sorbitol, le lactose et xylitol mais aussi la présence d'acides gras avec l'acide palmitique, de stilbènes comme le resvératrol et de terpènes comme le β-sitosterol, le lanostérol ou le lupéol. L'extrait d'aubier est riche en sucres et en stigmastérol. Enfin, le duramen renferme des sucres et des stérols. L'acide oléanique et l'acide betulinique n'ont pu être identifiés (Dawé et al., 2017), de même que les saponines rapportées par Noté et al. (2013a).

2.4.1.3.4 Iroko

Les chromatogrammes obtenus par analyse GC-MS des extraits éthanoliques et eau/éthanol des différents compartiments du bois d'Iroko sont représentés dans la figure 28 et 29 puis les produits identifiés à partir de la base de données NIST rassemblés dans le tableau 11 et 12.

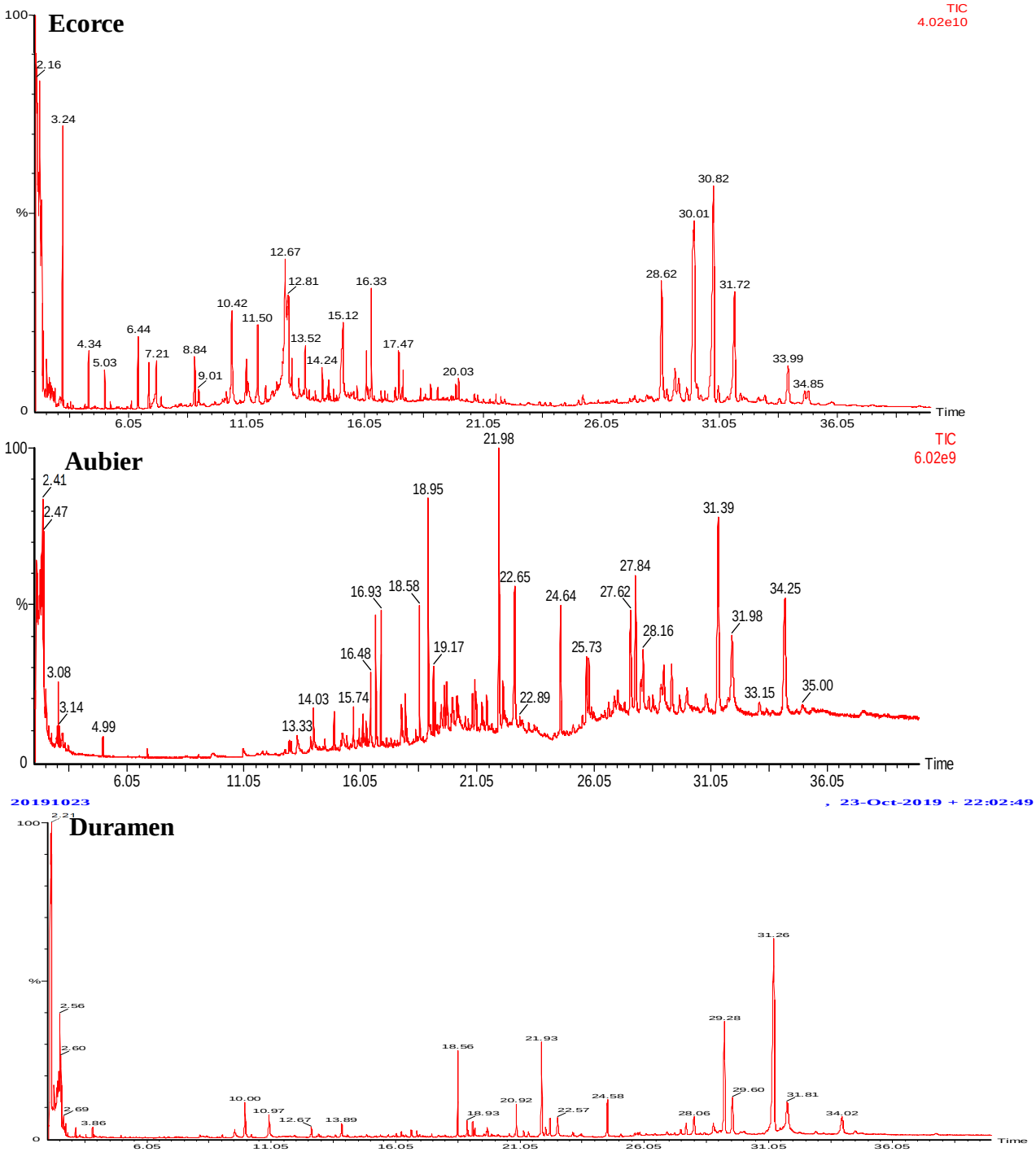


Figure 43 : Analyse GC-MS des extraits éthanoliques des différents compartiments de l'Iroko

Tableau 11: Composés identifiés dans les extraits éthanoliques des différents compartiments de l'Iroko

Compartiment	Temps de rétention (min)	Composés	Composition (%)
Ecorce	10,4	Isovanilline	9
	12,7	Acide vanillique	9
	16,3	Palmitate d'éthyle	5
	17,5	Mandenol	2
	28,6	Lenostérol	18
	30,8	Lupéol	17
	31,7	Acétate de 9,19-cyclolanostan-3-ol, 24-methylene	20
	34,0	Acétate de lupan-3-yl	6
Aubier	16,5	Inositol	3
	19,0	1,4-Benzenediol	5
	19,2	Silane	2
	22,0	0xyresveratrol	17
	22,7	6-oxo-3,7-cholan-24-oate de méthyle	12
	28,2	□-Sitostérol	4
	31,4	Chlorophorine	19
	34,3	4,5,7-Trihydroxyflavanone	2
Duramen	18,6	1,4-Benzenediol	3
	20,9	Resvératrol	8
	21,9	Oxyresvératrol	18
	22,6	6-Oxo-3,7-cholan-24-oate de méthyle	4
	28,1	β-Sitostérol	6
	28,8	3-Hydroxy-chol-8-en-24-al	5
	29,3	Acide hexadécandioique	14
	31,3	Chlorophorine	26
	34,0	non identifié	8

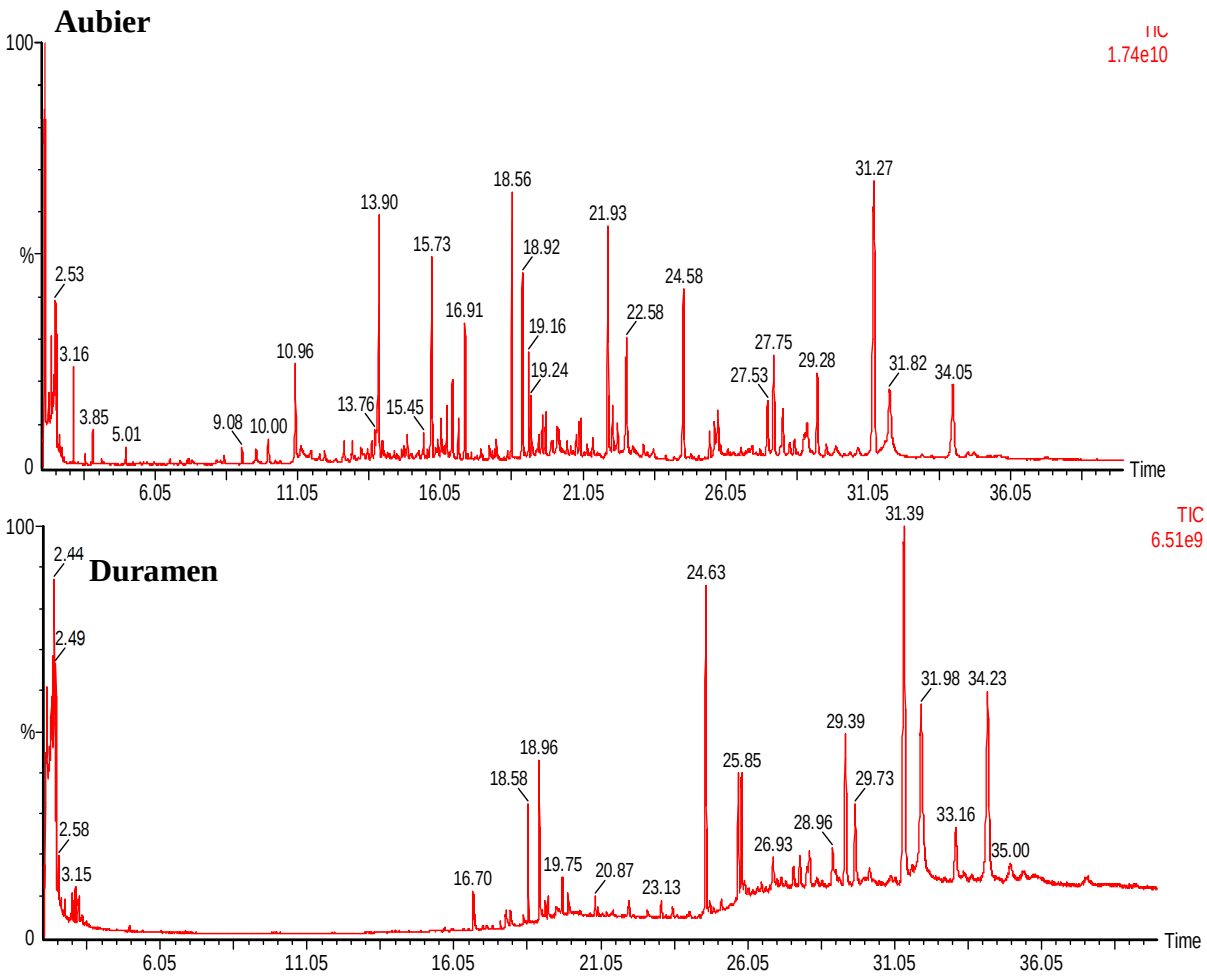


Figure 44 : Analyse GC-MS des extraits eau/éthanol de l'Iroko

Tableau 12: Composés identifiés dans les extraits eau/éthanol de l'aubier et duramen de l'Iroko

Compartiment	Temps de rétention (min)	Composés identifiés	Composition (%)
Aubier	13,9	L-(-)-Arabitol	14
	15,7	D-Mannitol	9
	18,6	1,4-Benzenediol	9
	19,2	1,2-Ethanediol, 3,4-dihydroxyphenyl, tetrakis	3
	21,9	Oxyresveratrol	15
	25,8	Pyrimidine	4
	27,8	5β-Cholestane-3α,7α,12α,23xi,25-pentol	6
	31,3	Chlorophorine	10
Duramen	16,7	Acide palmitique	2
	19,8	Acide linoléique	2
	24,6	Silane	19
	29,4	Spheroidenone	11
	31,4	Chlorophorine	34

Il ressort de l'analyse des chromatogrammes des extraits, la présence de différentes familles de composés dont des sucres, des acides gras, des terpènes et des composés phénoliques avec des proportions qui varient en fonction des compartiments. Le lanostérol et le lupéol sont présents dans l'extrait éthanolique de l'écorce, alors que le β-sitostérol est présent dans l'aubier et le duramen. On note également la présence de stilbènes comme l'oxyresvératrol et la chlorophorine dans l'aubier et le duramen. Ces identifications sont cohérentes avec les résultats déjà rapportés dans la littérature rapportant la présence de la chlorophorine et le resvératrol (Kuniyoshi et al., 2003). La présence de chlorophorine en quantité importante peut constituer une possibilité intéressante de valorisation des extraits d'iroko. En effet, la présence d'une chaine prénylée de type géranyle sur la structure stilbène de la chlorophorine, peut conférer à cette molécule des propriétés lipophiles et amphiphiles intéressantes, en plus de ses propriétés anti oxydantes et anti radicalaires dues à la présence des motifs phénoliques, pouvant conduire à des applications dans différents domaines comme l'agroalimentaire ou la cosmétique.

2.4.2 Détermination des teneurs en phénol totaux

Les teneurs en phénols totaux des bois étudiés ont été déterminées en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. Les résultats sont rapportés dans le tableau 13.

Tableau 13 : Teneur en phénol totaux (équivalent acide gallique/g d'extraits obtenus au soxhlet des quatre essences étudiées

solvants	**essences**			
		écorce	**aubier**	**duramen**
Dichlorométhane	Azobé	8,4±0,4	7,1±0,8	6,3±0,5
Acétone	Azobé	279,38±0,33	176,15±0,38	266±0,02
Toluène-éthanol	Azobé	257±0,06	102±0,27	275±0,04
Eau	Azobé	27,73±0,31	20,12±1,5	23±0,5
Ethanol	Azobé	481,3±0,2	176,69±0,8	382±0,3
Ethanol-eau	Azobé	279,37±0,4	175,9±0,7	277±0,8
Dichlorométhane	Tali	1,36±0,9	4,32±0,7	3,72±1,4
Acétone	Tali	297,26±0,4	195,9±1,5	476±0,9
Toluène-éthanol	Tali	386,37±0,8	177,03±0,12	334±0,6
Eau	Tali	26,96±0,7	13,7±0,3	15,4±0,01
Ethanol	Tali	396,3±0,4	194,9±0,8	241±0,7
Ethanol-eau	Tali	395,8±0,6	194,7±0,6	364±0,5
Dichlorométhane	Dabéma	7,7±0,6	2,12±0,8	5,4±0,9
Acétone	Dabéma	313±1,2	173±0,7	296±0,9
Toluène-éthanol	Dabéma	263±0,9	174±0,8	224±1,4
Eau	Dabéma	29±0,9	18,2±0,6	25±0,5
Ethanol	Dabéma	379,8±0,2	177,5±0,4	229±0,7
Ethanol-eau	Dabéma	279,3±0,7	169,2±0,1	248±0,6
Dichlorométhane	Iroko	9,7±0,8	5,2±0,9	8±0,2
Acétone	Iroko	320±1,6	193±0,5	290±0,8
Toluène-éthanol	Iroko	370±0,7	178±0,8	234±0,6
Eau	Iroko	27±0,8	14±1,1	38±1,2
Ethanol	Iroko	383,2±0,6	179,5±0,4	332±0,7
Ethanol-eau	Iroko	381,3±0,8	168,2±0,6	258±0,3

L'analyse du tableau indique que la teneur en phénols totaux dans les différents extraits des quatre essences est en fonction du solvant d'extraction mais aussi du compartiment de bois. Les extraits obtenus avec l'acétone, le mélange toluène-éthanol, éthanol-eau et l'éthanol renferment

le plus de composés phénoliques. En revanche, les extraits issus du dichlorométhane et l'eau sont ceux qui renferment le moins de phénols.

L'ensemble des résultats montre que l'écorce est le compartiment le plus riche en composés phénoliques suivie du duramen et l'aubier, mais aussi que les quantités semblent très proches dans le duramen et l'écorce. Ces observations peuvent être comparées aux résultats obtenus par Mounguengui (2016).

CHAPITRE 3

Evaluation des propriétés antifongiques, antioxydantes et antibactériennes des extraits

3 Evaluation des propriétés antifongiques, antioxydantes et antibactériennes des extraits

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à différentes propriétés des extraits comme les propriétés antifongiques, les propriétés antioxydantes et les propriétés antibactériennes pouvant présenter des intérêts pour des applications ultérieures.

3.1 Matériels et Méthodes

L'extrait de malt pour microbiologie (Fluka), l'agar (Fischer scientific bioreagents), l'éthanol, l'acide gallique (Sigma-Aldrich, 97.5-102.5%), la (+) – Catéchine hydratée (Fluka, pureté >96%), le 2,6-di-tert. butyl-4-methyl-phénol [BHT] (Fluka, 99%), le 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl [DPPH] (Sigma-Aldrich) ont été utilisés sans autre purification pour les différents tests réalisés. L'eau utilisée est de l'eau ultra pure obtenue à partir d'un équipement PROLAB Option-Q (Elga), Bouillon nutritif pour la bactérie, extractibles, eau physiologique, résazurine, La bactérie *Escherichia coli*, fournie par le Laboratoire de Microbiologie de l'Institut Universitaire et Technologie de Brabois de l'Université de Lorraine.

3.1.1 Test d'inhibition fongique

Pour réaliser les tests antifongiques, nous avons effectué la méthode décrite par Saha Tchinda dans sa thèse soutenue en 2013. Les extraits obtenus avec différents solvants ont été dissous dans un minimum d'éthanol. Le milieu gélosé est préparé en additionnant 40 g de malt et 30 g d'agar dans un litre d'eau distillée. Le mélange est homogénéisé. Puis la solution gélosée est stérilisée dans un autoclave à 120°C pendant 25 minutes. Dans des erlenmeyers de 100 ml contenant la solution gélosée, des solutions éthanoliques d'extraits à différentes concentrations 500 ppm (50 mg dans 1ml), 300 ppm (30 mg dans 1ml) et 100 ppm (10 mg dans 1ml) y sont introduites. Après refroidissement (à environ 40°C), le milieu gélosé est réparti dans différents béchers. Chaque bécher est homogénéisé et réparti dans des boites de Pétri de 8,5 cm de diamètre à raison d'environ 20 mL de milieu gélosé stérilisé par boite sous une hotte à flux laminaire et à proximité d'une flamme. Les milieux sont laissés au repos sous la hotte jusqu'à solidification du milieu. Après solidification, les milieux de culture sont alors inoculés avec un

disque de mycélium fongique d'une culture de champignon (pourriture blanche ou pourriture brune). Les boîtes sont incubées à 22°C et à 75% d'humidité relative (Hr) dans une enceinte climatique de marque Binder KBF jusqu'à ce que le mycélium des boîtes témoins sans extraits (contrôle) ait recouvert la totalité de la surface du milieu de culture (1 à 14 jours). Chaque essai est réalisé trois fois.

L'indice antifongique (IA) est calculé par la formule :

$$IA\,(\%) = \frac{DC - DT}{DC} \times 100$$

Où DT est le diamètre (cm) de la zone de croissance dans la boîte contenant les extraits à différentes concentrations et DC le diamètre (cm) de la zone de croissance dans la boîte contrôle sans extractibles (figure : 30). Parallèlement aux essais réalisés avec les extraits et sans extraits, nous avons également réalisé des essais avec de l'éthanol uniquement de manière à vérifier que ce dernier n'avait pas d'effet sur la croissance du mycélium.

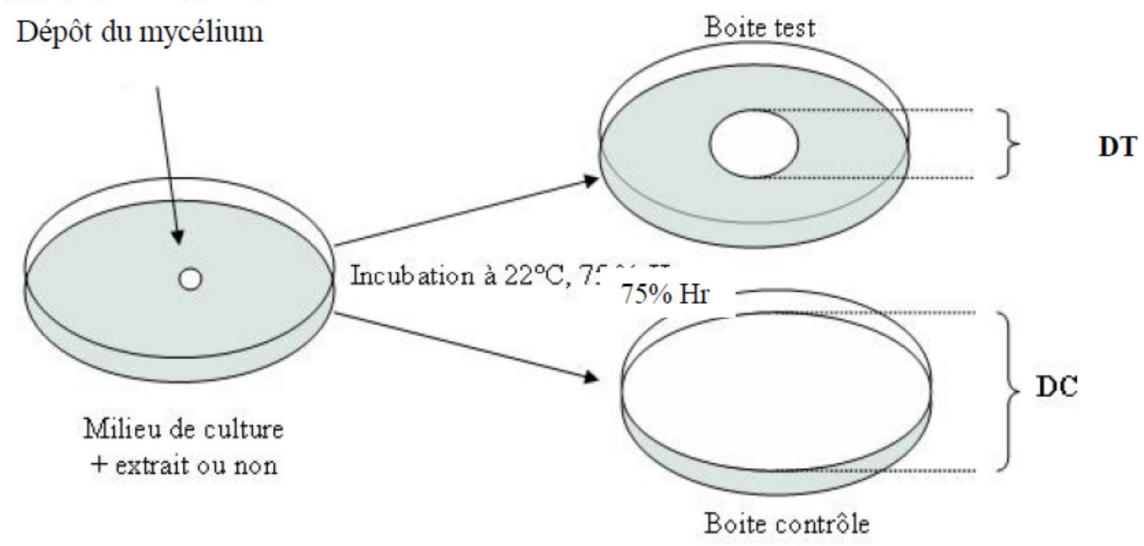


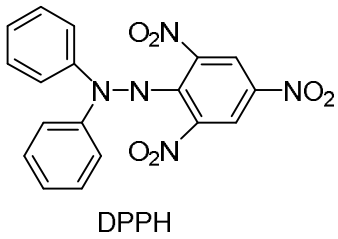
Figure 45 : Schéma de l'évaluation de l'activité antifongique par mesure du diamètre de la croissance du mycélium

3.1.2 Evaluation de l'activité antioxydante

L'activité antioxydante a été estimée en utilisant le radical 2,2- diphényl-1- picrylhydrazyl inspiré de la méthode décrite par Brand-williams et al. en 1995. Le DPPH a été préparé en mélangeant 39,4 mg de DPPH solide dans une fiole de 100 ml. Des extraits à différentes concentrations sont dissous dans du méthanol. On introduit 1 ml de solution de DPPH (10^{-4}M) et 1 ml de solution d'extrait dissous dans du méthanol dans la cuve d'analyse du spectrophotomètre. L'ensemble est stocké dans l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes. Après cette période, l'absorbance est mesurée à 517nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible (UV-2550 de la marque SHIMADZU). Le test est effectué trois fois et l'activité antioxydante des extraits (**AA**) est calculée en pourcentage par rapport au témoin (DPPH seul dans le méthanol sans extraits) selon l'équation suivante :

$$\boldsymbol{AA}\ (\%) = \frac{\boldsymbol{A} - \boldsymbol{B}}{\boldsymbol{A}} \times \mathbf{100}$$

Où **A** est l'absorbance du témoin et **B** l'absorbance de la solution de DPPH en présence des extraits. Lorsque le radical du DPPH est au contact d'une substance capable de donner un atome d'hydrogène (ArOH), il est réduit sous une forme non radicalaire qui s'accompagne d'une perte de couleur selon les équations ci-dessous.



DPPH

$$DPPH^{\cdot} + ArOH \longrightarrow DPPHH + ArOH^{\cdot}$$

$$DPPH + R^{*} \xrightarrow{OH} DPPHR$$

Figure 46 : Réduction du DPPH par un atome d'hydrogène ou un radical libre

3.1.3 Test antibactérien

La technique de fluorescence en microplaques est la méthode réalisée pour étudier les propriétés antibactériennes des extraits. C'est une technique qui permet de faire plusieurs tests simultanément combinés à des témoins négatif et positif en double. Les solutions d'extraits sont

préparées à des concentrations de 300 et 500 ppm sans dilution. Les milieux de culture ont été réalisés sur une microplaque de 96 puits. On prélève 50 µL d'extrait à la concentration étudiée, 40µL de réactif (rézasurine = sonde fluorescente), 120µL de bouillon nutritif et 20µL de solution bactérienne introduits par la suite à l'aide d'une pipette dans les puits de la microplaque de marque Greiner. Lors de la réalisation de chaque milieu bactérien d'une microplaque, on réalise un témoin négatif (constitué de la bactérie et de l'eau) et un témoin positif (constitué du milieu de culture sans extraits). Chaque essai est réalisé en double. Après avoir rempli chaque puits de la microplaque, on la recouvre d'un adhésif qui empêche le contact avec le dioxygène. Ceci permet de protéger le système des éventuelles contaminations extérieures et surtout l'oxygénation pendant la période d'incubation. La microplaque est incubée à (30,0°C ± 0,5) pendant 48 heures au Fluorimètre Flx800 de marque Biotek. La lecture de la fluorescence (réduction de la résazurine en résorufine suite à l'oxydation du substrat) de chaque puits est faite toutes les 15 minutes et les données sont enregistrées durant toute la durée de l'incubation. Les données enregistrées sont transférées et traitées dans le logiciel Excel, et nous ont permis de tracer les courbes qui sont analysées par la suite.

3.2 Résultats et Discussion

3.2.1 Propriétés antifongiques

Nous avons réalisé les tests d'inhibition de croissance sur les extraits obtenus avec l'éthanol, le mélange eau/éthanol et eau dans l'hypothèse d'une valorisation ultérieure de ces derniers. Une pourriture blanche *Trametes versicolor (TV)*, et un agent de pourriture brune *Coniophora puteana (CP)*, ont été utilisés dans ces essais préliminaires. Les tests ont été effectués avec différentes concentrations 100 ppm, 300 ppm et 500 ppm des extraits des différentes parties (écorce, duramen et aubier) des essences de bois étudiés

Après la mesure de croissance des champignons dans les boîtes de pétri, nous avons procédé aux calculs des indices antifongiques. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau 14.

Tableau 14 : Indices antifongiques obtenus avec les différents extraits

essence	compartiment	solvant	Indices antifongiques (%)					
			TV			CP		
			100 ppm	300 ppm	500 ppm	100 ppm	300 ppm	500 ppm
Azobé	écorce	éthanol	22	57	100	93	97	100
Azobé	écorce	eau/éthanol	0	7	86	21	63	93
Azobé	écorce	eau	0	7	86	21	63	93
Azobé	aubier	éthanol	0	27	92	43	93	100
Azobé	aubier	eau/éthanol	0	7	100	43	84	86
Azobé	aubier	eau	51	72	85	0	14	36
Azobé	duramen	éthanol	13	36	88	21	63	98
Azobé	duramen	eau/éthanol	12	36	94	43	86	100
Azobé	duramen	eau	21	57	75	43	71	100
Tali	écorce	éthanol	51	64	89	83	96	100
Tali	écorce	eau/éthanol	50	62	79	64	85	91
Tali	écorce	eau	37	54	67	50	64	78
Tali	aubier	éthanol	11	26	54	25	31	41
Tali	aubier	eau/éthanol	14	21	50	25	31	49
Tali	aubier	eau	14	14	21	25	31	50
Tali	duramen	éthanol	36	79	93	13	50	75
Tali	duramen	eau/éthanol	19	37	71	25	38	64
Tali	duramen	eau	21	29	50	39	51	68
Dabéma	écorce	éthanol	36	57	100	100	100	100
Dabéma	écorce	eau/éthanol	55	68	86	17	66	96
Dabéma	écorce	eau	12	28	36	8	21	52
Dabéma	aubier	éthanol	13	21	36	18	32	43
Dabéma	aubier	eau/éthanol	12	43	56	9	28	52
Dabéma	aubier	eau	0	18	29	5	18	26
Dabéma	duramen	éthanol	17	36	93	28	75	86
Dabéma	duramen	eau/éthanol	14	37	93	15	54	72
Dabéma	duramen	eau	8	13	71	18	21	36
Iroko	écorce	éthanol	53	66	85	69	88	100
Iroko	écorce	eau/éthanol	21	52	60	63	84	94
Iroko	écorce	eau	21	36	46	56	72	84
Iroko	aubier	éthanol	18	36	48	58	63	76
Iroko	aubier	eau/éthanol	18	21	38	36	48	58
Iroko	aubier	eau	0	0	18	16	22	38
Iroko	duramen	éthanol	48	64	76	62	87	96
Iroko	duramen	eau/éthanol	31	56	87	62	85	97
Iroko	duramen	eau	0	16	28	42	58	69

D'une manière générale, l'effet des différents extraits sur l'inhibition de croissance des champignons dépend de l'essence, du compartiment du bois testé et de la concentration de l'extrait, mais aussi de la souche fongique utilisée.

Les extraits d'écorce et de duramen donnent souvent les meilleurs résultats comparativement aux extraits d'aubier qui présentent des effets moins marqués.

Les extraits éthanoliques présentent des effets d'inhibition de croissance du mycélium plus importants que les extraits aqueux, les extraits éthanol/eau présentent des effets intermédiaires. Ces résultats s'expliquent probablement par des concentrations plus élevées en polyphénols dans les extraits éthanoliques. La concentration des extraits influence directement leur efficacité, la concentration de 500 ppm n'étant pas tout à fait suffisante pour inhiber la croissance des champignons à l'exception de l'Azobé, qui présente les plus fortes efficacités antifongiques des quatre essences étudiées. Les extraits semblent plus performants sur l'inhibition de croissance de *Coniophora puteana* que sur celle de *Trametes versicolor.*

Cette différence peut s'expliquer par l'aptitude des pourritures blanches à produire des enzymes extracellulaires telles que des laccases ou des peroxydases capables d'oxyder les composés phénoliques et de détoxiquer le milieu (Janusz G et al., 2013).

Les résultats obtenus avec les extraits des différents compartiments de bois d'Azobé montrent que les extraits d'écorce et de duramen sont ceux qui ont eu le plus d'efficacité pour l'inhibition de la croissance des champignons alors que les extraits de l'aubier le sont moins. Cela peut être dû au fait que dans l'aubier, il y a moins de composés phénoliques.

Les extraits de Tali indiquent une efficacité sur l'inhibition de croissance de *Trametes versicolor et Coniophora puteana* avec des indices antifongiques considérables dans l'ensemble. Il est à noter également que les extraits aqueux quel que soit le compartiment du bois, ont des indices antifongiques considérables.

Avec les extraits de bois de Dabéma, on note une efficacité totale à 500 ppm sur *Trametes versicolor*, et à toutes les concentrations avec *Coniophora puteana.* Les indices antifongiques sont supérieurs à 50 % avec les concentrations de 300 ppm et 500 ppm aux extraits éthanoliques et eau/éthanol de l'écorce. Les extraits du duramen montrent aussi une efficacité d'inhibition des champignons contrairement aux extraits d'aubier.

Les extraits d'Iroko semblent dans l'ensemble être inefficaces excepté à 500 ppm sur *Coniophora puteana.* L'ensemble de ces analyses peut être comparé aux travaux effectués sur des essences de bois tropicaux (Saha Tchinda,2013 ; Neya,2002 ; Fatimah, 2019 ; Mburu,2007).

3.2.1.1 Comparaison des différents extraits obtenus à l'éthanol.

Après l'analyse générale des tests d'inhibition de croissance des différents extraits sur les deux champignons à savoir *Trametes Versicolor* et *Coniophora puteana*, nous avons procédé à la comparaison de l'efficacité des extractibles à 500 ppm correspondant à la concentration la plus efficace afin de mieux visualiser les extraits les plus efficaces sur les champignons à une même concentration. Ces comparaisons sont faites au travers de différentes figures présentées ci-après.

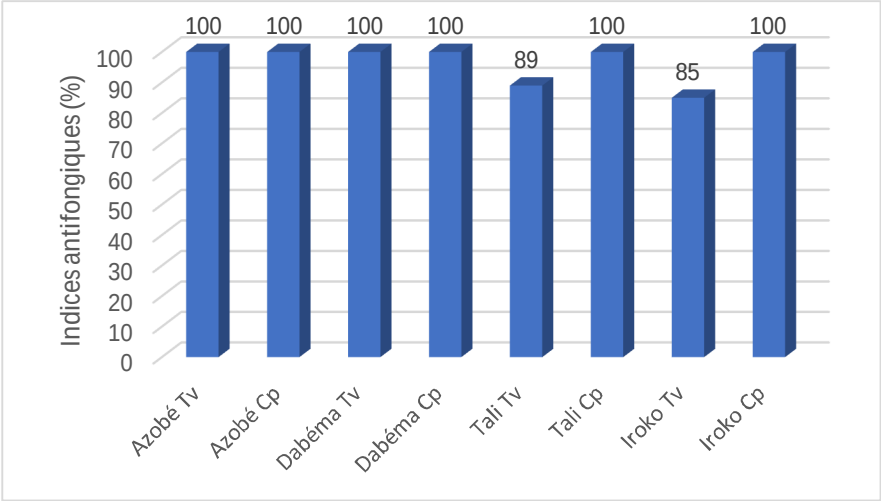


Figure 47 : Comparaison de l'efficacité des extraits éthanoliques d'écorce des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor*

On remarque que les extraits d'écorce de chaque essence permettent d'avoir 100 % d'indice antifongique au contact des deux champignons testés, à l'exception des extraits de Tali et Iroko au contact de *Trametes Versicolor* qui permettent d'avoir des indices antifongiques de 89 et 85 % respectivement. Cette analyse nous permet de dire que dans l'ensemble, les extraits éthanoliques présentent de bonnes propriétés antifongiques au contact des deux champignons et sont donc susceptibles d'être utilisés comme produits biocides contre l'attaque des champignons.

La même comparaison a été réalisée avec les extraits du duramen à la même concentration de 500 ppm. Les résultats sont présentés dans le diagramme ci-dessous.

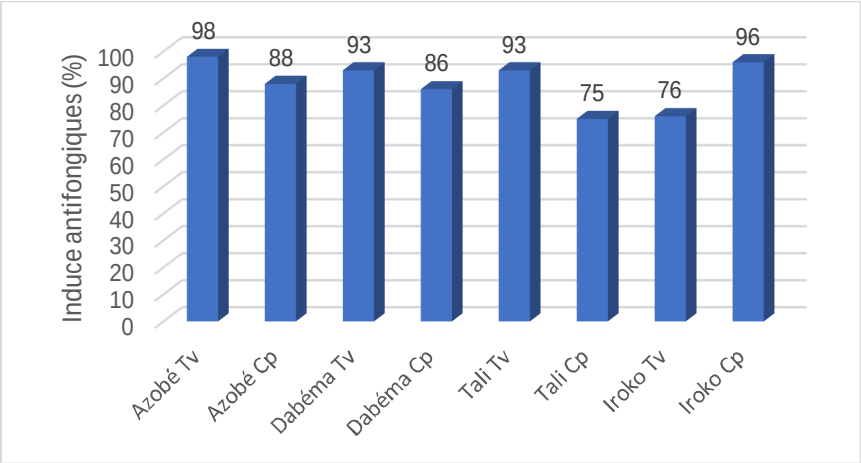


Figure 48 : Comparaison de l'efficacité des extraits éthanoliques de duramen des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor*

On remarque que les extraits éthanoliques de duramen des bois étudiés contiennent des extraits capables d'inhiber partiellement la croissance de *Coniophora puteana et Trametes Versicolor*. On constate que les extraits d'Azobé, Dabéma et Tali sont plus efficaces sur la pourriture blanche que ceux de l'Iroko. Dans l'ensemble tous les extraits ont des indices antifongiques considérables car supérieurs à 70 % indiquant de bonnes propriétés fongistatiques.

Nous avons ensuite procédé à l'analyse de la comparaison des extraits éthanoliques à 500 ppm de l'aubier de chaque essence, ce dernier compartiment constitue une des grandes parties des connexes produits lors de la transformation primaire du bois. Les résultats sont présentés dans la figure 34.

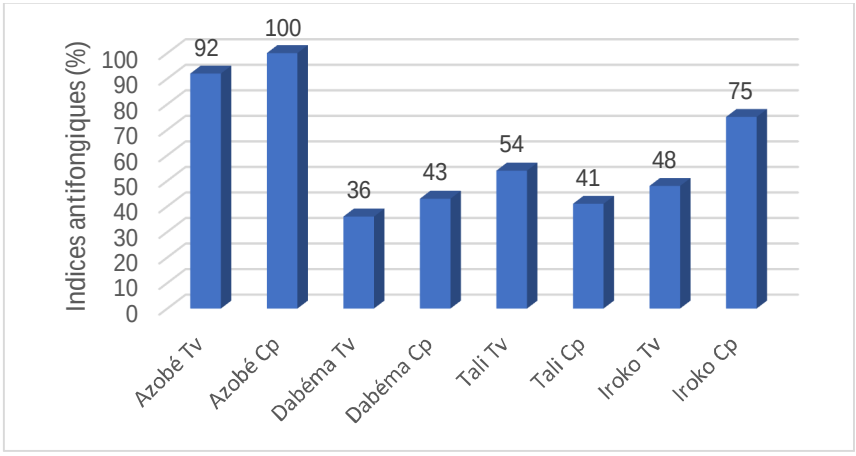


Figure 49 : Comparaison de l'efficacité des extraits éthanoliques d'aubier des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor*

Ce qui ressort de l'analyse du diagramme des tests d'inhibition de croissance des champignons avec les extraits d'aubier des différents bois, est que des quatre bois étudiés, seuls les extraits d'Azobé sont capables d'inhiber de manière importante la croissance du mycélium des champignons avec des indices antifongiques de 92 et 100 %, respectivement pour *Trametes Versicolor* et *Coniophora Puteana*. En revanche, les extraits des autres essences sont moins efficaces, ces derniers présentant des indices antifongiques pour la majorité en dessous de 50 %. Ainsi en comparaison, l'aubier d'Azobé renferme des composés ayant des propriétés biocides plus efficaces que ceux contenus dans l'aubier des trois autres bois. Nous pouvons dire, à partir de cette analyse, que seul l'aubier d'Azobé est susceptible d'être une source potentielle d'extraits ayant de bonnes propriétés antifongiques.

3.2.1.2 Comparaison des différents extraits obtenus avec le mélange eau/éthanol

Pour la suite des analyses, nous avons fait le même exercice de comparaison, les extraits obtenus avec le mélange éthanol-eau. Les résultats concernant les effets des extraits d'écorce sur la croissance des deux champignons sont rapportés dans la figure 35.

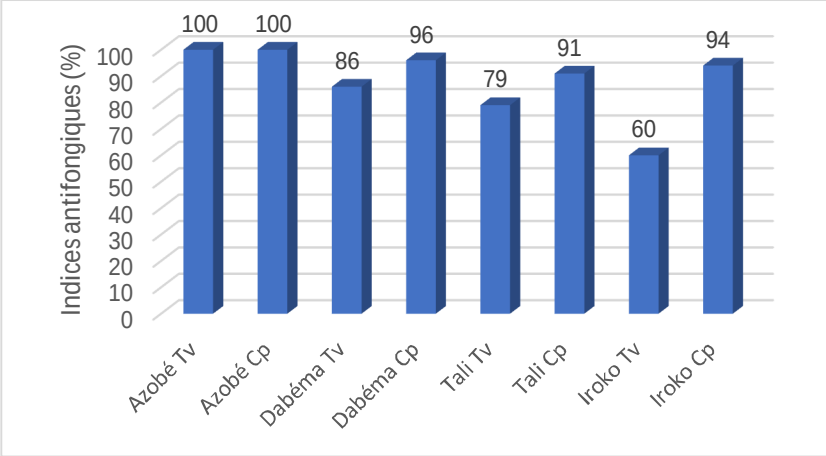


Figure 50 : Comparaison de l'efficacité des extraits eau/éthanol d'écorce des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor*

Les extraits des écorces des différents bois présentent dans la majorité des cas des indices antifongiques relativement élevés, à l'exception de l'extrait d'Iroko testé sur *Trametes Versicolor* (IA= 60 %). L'écorce d'Azobé montre au contact des deux champignons des indices antifongiques de 100 %, confirmant ici encore la forte efficacité antifongique de ces extraits.

Avec les extraits des écorces des trois autres bois, seule la pourriture brune *Coniophora puteana* présente une forte inhibition de croissance avec des indices antifongiques se rapprochant de 100. Les extraits de l'Iroko sont les moins efficaces sur l'inhibition de la croissance de la pourriture blanche avec un indice antifongique de 50 %, suivis des extraits du Tali et de ceux du Dabéma.

Les résultats obtenus avec les mélanges eau/éthanol indiquent les mêmes tendances que celles obtenues avec l'éthanol, indiquant que les écorces des quatre essences étudiées peuvent présenter un intérêt comme source d'agents antifongiques. Comme expliqué auparavant, l'efficacité légèrement inférieure des extraits eau/éthanol s'explique très probablement par la composition chimique de ces derniers avec des teneurs moindres en polyphénols.

La comparaison de l'efficacité des extraits eau/éthanol de duramen des quatre essences sur la croissance des champignons est représentée dans la figure 36.

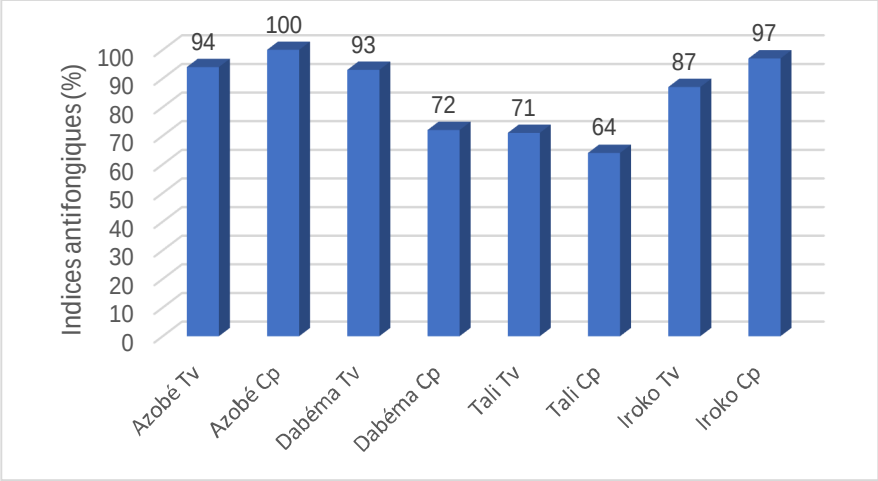


Figure 51 : Comparaison de l'efficacité des extraits eau/éthanol de duramen des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor*

Les essais réalisés à partir des extraits eau/éthanol du duramen des quatre bois permettent de montrer que ces extraits sont efficaces pour l'inhibition des croissances de champignons. Comme dans les cas précédents, les extractibles d'Azobé sont les plus efficaces, suivis de ceux d'Iroko, suivis du Dabéma puis ceux du Tali. Même si les indices antifongiques mesurés sont légèrement inférieurs à ceux obtenus lors des extractions réalisées avec l'éthanol, il est probable que ces extraits utilisés à une concentration de 1000 ppm inhiberaient totalement la croissance des champignons, indiquant ici aussi un intérêt certain comme agent antifongique.

La comparaison des différents extraits eau/éthanol d'aubier sur la croissance des deux pourritures est représentée dans la figure 37.

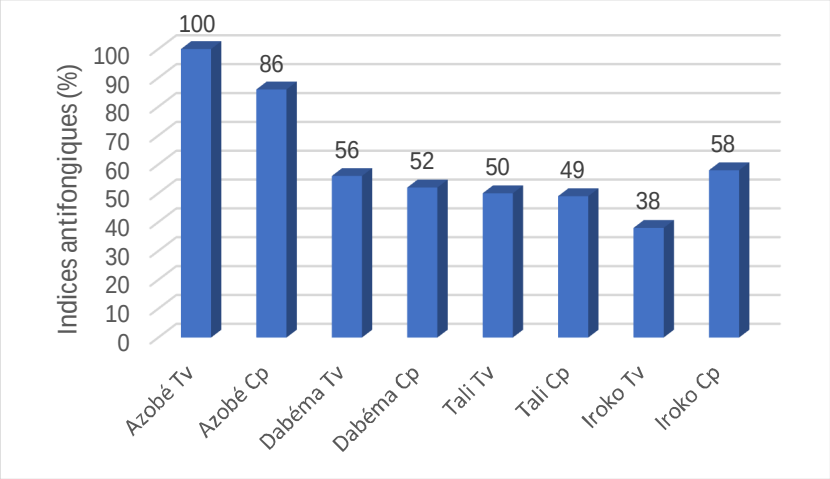


Figure 52 : Comparaison de l'efficacité des extraits eau/éthanol de l'aubier des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor*

Il ressort de l'analyse de ce diagramme que seuls les milieux réalisés à partir des extractibles d'aubier du bois d'Azobé ont été efficaces contre la croissance des champignons. Les trois milieux de culture restant, préparés à partir des extraits d'aubier de Dabéma, Tali et Iroko, ne montrent pas d'inhibition de croissance des champignons. De cette analyse comparative, nous pouvons conclure que seuls les extraits d'aubier d'Azobé présentent une capacité inhibitrice de la croissance du mycélium comparé aux autres extraits.

3.2.1.3 Comparaison des différents extraits obtenus avec l'eau

Pour terminer l'analyse comparative de l'efficacité des différents extraits, le même type de comparaison a été réalisé sur les extraits aqueux.

La figure 38 représente les différents indices antifongiques obtenus pour les extraits aqueux d'écorces des quatre essences testées à 500 ppm.

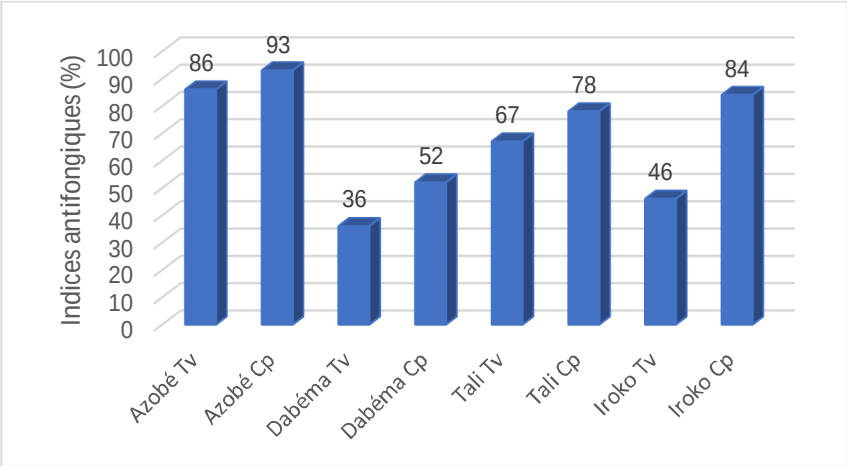


Figure 53 : Comparaison de l'efficacité des extraits aqueux d'écorce des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana et Trametes Versicolor*

Les extraits aqueux d'essence d'Azobé conduisent encore une fois aux inhibitions de croissance les plus importantes sur les deux champignons avec des indices antifongiques de 86 et 93 % respectivement, au contact de *Trametes Versicolor* et *Coniophora Puteana*. Les extraits du Tali pour les deux champignons, et ceux de l'Iroko dans le cas de *Coniophora Puteana* présentent des indices antifongiques compris entre 67 % et 84 %. Les extraits de Dabéma ont moins d'effet sur la croissance des deux champignons avec des indices antifongiques globalement inférieurs à 50 %. Il ressort de ces résultats que même si l'eau peut présenter certains avantages en terme de solvant d'extraction, l'utilisation d'éthanol ou de mélange eau/éthanol apparait comme un bien meilleur choix pour extraire des molécules valorisables comme agents antifongiques.

La figure 39 représente l'efficacité des extraits aqueux de duramen sur la croissance des champignons.

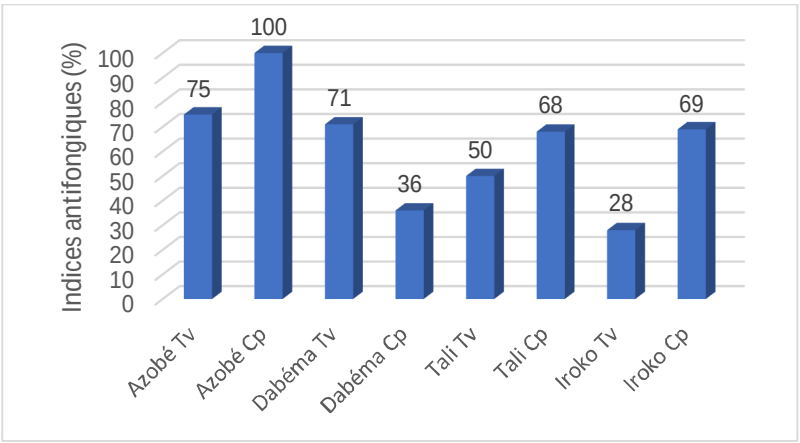


Figure 54 : Comparaison de l'efficacité des extraits aqueux de duramen des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana* et *Trametes Versicolor*

Les extraits de duramen aqueux à 500 ppm présentent des effets sur l'inhibition de croissance des champignons. Ceux de l'Azobé sont plus efficaces avec des indices antifongiques de 75 et 100 % au contact de la pourriture blanche et de la pourriture brune respectivement. Les extraits des trois autres bois présentent des efficacités variables en fonction des champignons. On note que les extraits du Dabéma sont plus efficaces sur la pourriture blanche que sur la pourriture brune, par contre les extraits de l'Iroko et du Tali sont plus efficaces sur la pourriture brune que sur la pourriture blanche. Les extraits du Tali présentent des indices antifongiques compris entre 50 et 68 % avec les deux champignons. Des quatre extraits, seul celui d'Azobé montre une bonne efficacité dans l'ensemble.

Pour terminer, La figure 40 représente l'efficacité des extraits aqueux d'aubier sur la croissance des champignons.

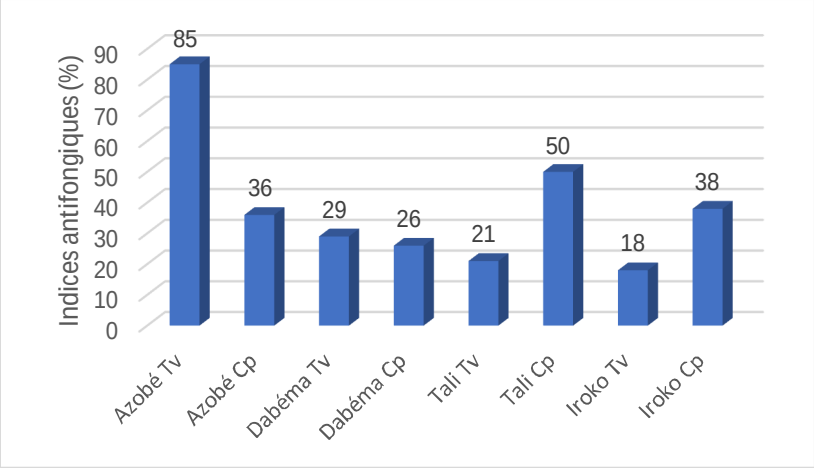


Figure 55 : Comparaison de l'efficacité des extraits aqueux d'aubier des quatre essences étudiées sur la croissance de *Coniophora puteana et Trametes Versicolor*

De manière générale, on constate que dans l'ensemble les extraits à l'eau d'aubier présentent des indices antifongiques peu élevés à l'exception de l'extrait d'Azobé au contact de *Trametes Versicolor* avec des indices antifongiques de 85 % et l'extrait de Tali au contact de *Coniophora Puteana* avec un indice antifongique de 50 %. Nous pouvons donc dire que les extraits à l'eau d'aubier sont dans l'ensemble peu efficaces pour inhiber la croissance des deux champignons testés, ne constituant pas de ce fait une source d'intérêt pour la valorisation de biomolécules comme agents antifongiques.

Il est intéressant de noter le fort indice antifongique obtenu pour l'extrait d'Azobé confronté à *Trametes Versicolor* alors que d'une manière générale, les extraits présentent une meilleure activité vis-à-vis de *Coniophora Puteana*. Il est possible que les extraits aqueux contiennent des molécules présentant des modes d'action différents sur l'inhibition des croissances des champignons. Des études complémentaires seraient nécessaires pour confirmer et mieux comprendre ces différences.



Figure 56 : Inhibition de croissance de Trametes *Versicolor* avec extrait d'écorce d'Azobé



Figure 57 : Inhibition de croissance de *Trametes Versicolor* avec extrait de duramen de Tali

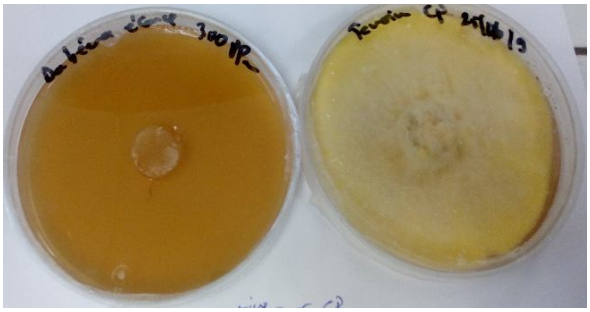


Figure 58 : Inhibition de croissance de *Coniophora Puteana* avec extrait d'écorce de Dabéma

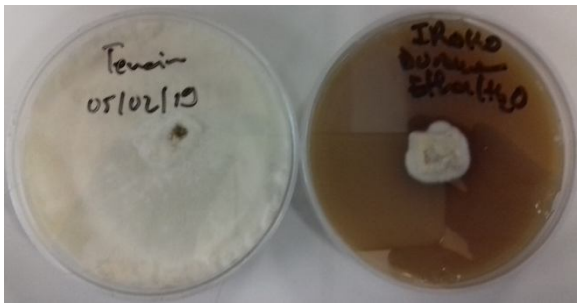


Figure 59 : Inhibition de croissance de *Trametes Versicolor* avec extrait de duramen d'Iroko

3.2.2 Propriétés antioxydantes

Le tableau 15 rapporte les efficacités antioxydantes des différents extraits mesurés à l'aide de la méthode au DPPH. La concentration efficace pour consommer 50 % de DPPH (CE_{50}) est déterminée à partir de l'équation de la courbe du pourcentage d'inhibition en fonction des concentrations des échantillons. Les faibles concentrations CE_{50} correspondent aux activités antioxydantes élevées.

Tableau 15 : Mesure des propriétés antioxydantes au DPPH à CE_{50} des extraits des différents compartiments des quatre essences étudiées

	Ecorce	**Aubier**	**Duramen**
Azobé			
Dichlorométhane	204,3±0,2	414,2±0,7	213,4±0,5
Acétone	9,0±0,2	11,3±0,5	7,2±0,4
Toluène/éthanol	13,6±0,2	16,1±0,4	10,2±0,7
Eau	96,3±0,2	67,22±0,7	79,7±0,1
Ethanol	4,65±0,3	6,4±0,5	3,32±0,5
Ethanol/eau	5,22±0,4	7,2±0,4	4,3±0,3
Tali			
Dichlorométhane	183,7±0,3	302,6±0,2	263,8±0,9
Acétone	6,6±0,2	8,7±0,5	5,9±0,7
Toluène/éthanol	4,6±0,3	8,1±0,3	3,2±0,3
Eau	89,4±0,4	64,52±0,6	71,27±0,2
Ethanol	3,1±0,1	4,15±0,2	2,3±0,6
Ethanol/eau	4,31±0,6	9,06±0,4	2,51±0,5
Dabéma			
Dichlorométhane	287±0,2	371,6±0,3	293,4±0,7
Acétone	5,7±0,5	6,6±0,4	7,2±0,8
Toluène/éthanol	7,8±0,4	10,9±0,7	7,2±0,4
Eau	84,6±0,1	62,8±0,4	76,3±0,2
Ethanol	3,7±0,6	7,1±0,2	6,3±0,9
Ethanol/eau	4,6±0,4	8,6±0,2	6,2±0,5
Iroko			
Dichlorométhane	325±0,4	423±0,6	204±0,2
Acétone	4,6±0,4	11,6±0,7	6,4±01
Toluène/éthanol	8,2±0,3	13,7±0,9	11,6±0,8
Eau	92,6±0,2	74,6±0,8	83,3±0,1
Ethanol	4,12±0,6	9,3±0,4	6,2±0,5
Ethanol/eau	6,18±0,3	11,2±0,1	5,7±0,8
Catéchine	2,7±0,4		
BHT	3,5±0,2		

Pour l'analyse des propriétés antioxydantes des extraits, nous avons procédé à la comparaison avec de la Catéchine et du BHT utilisé couramment comme antioxydant de synthèse dans différents domaines.

De manière générale, les extraits obtenus avec l'éthanol, l'acétone, le mélange eau/éthanol sont les extraits qui ont des activités antioxydantes se rapprochant voire supérieures à celles de la catéchine et du BHT. Par contre, les extraits aqueux et de dichlorométhane présentent des propriétés antioxydantes modérées voire faibles.

On remarque également, que pour les quatre essences étudiées les extraits de duramen présentent les meilleures propriétés antioxydantes suivis des extraits d'écorces, puis ceux d'aubier.

Les extraits de l'Azobé avec l'éthanol, eau/éthanol et acétone présentent des valeurs antioxydantes considérables mais également les extraits d'écorce aux mêmes solvants ont des valeurs différentes car supérieures avec le mélange eau/éthanol, légèrement supérieures avec les extraits d'éthanol et d'acétone à celles obtenues avec la catéchine et le BHT. Ainsi on peut dire que ces extraits peuvent présenter un intérêt pour leurs propriétés antioxydantes. De même, les extraits d'aubier avec l'éthanol et le mélange eau/éthanol, présentant des valeurs inférieures à 10, sont potentiellement des extraits présentant un intérêt comme source d'antioxydants. Le reste des extraits ayant des valeurs CE_{50} plus importantes présentent un faible intérêt pour une valorisation comme antioxydants.

Avec le Tali, on a les extraits obtenus avec l'éthanol, eau/éthanol et toluène-éthanol du duramen qui ont des valeurs comparables à celles de la catéchine et du BHT, un résultat qui permet de dire que ces extraits sont potentiellement valorisables comme antioxydants.

Au niveau de l'aubier, l'extrait obtenu avec l'éthanol présente une valeur comparable à celle obtenue avec le BHT. Ces extraits sont de potentielles sources d'antioxydants à valoriser.

Avec l'écorce, on note l'extrait obtenu avec l'éthanol, suivi du mélange eau/éthanol puis toluène-éthanol qui sont des extraits ayant des valeurs de CE_{50} assez considérables par comparaison aux valeurs de CE_{50} de la catéchine et du BHT. Alors on peut dire que ces extraits sont valorisables comme antioxydants.

Pour le Dabéma, on remarque avec les extraits obtenus à l'éthanol, eau/éthanol de l'écorce, des valeurs proches de celle du BHT qui font de ces extraits de potentielles sources d'antioxydants.

Les extraits de Dabéma, montrent des observations autres car nous avons les extraits d'éthanol et eau/éthanol de l'écorce qui sont les plus antioxydants par les valeurs de CE_{50} plus proches de celles de la catéchine et du BHT, ainsi que l'extrait obtenu avec l'acétone.

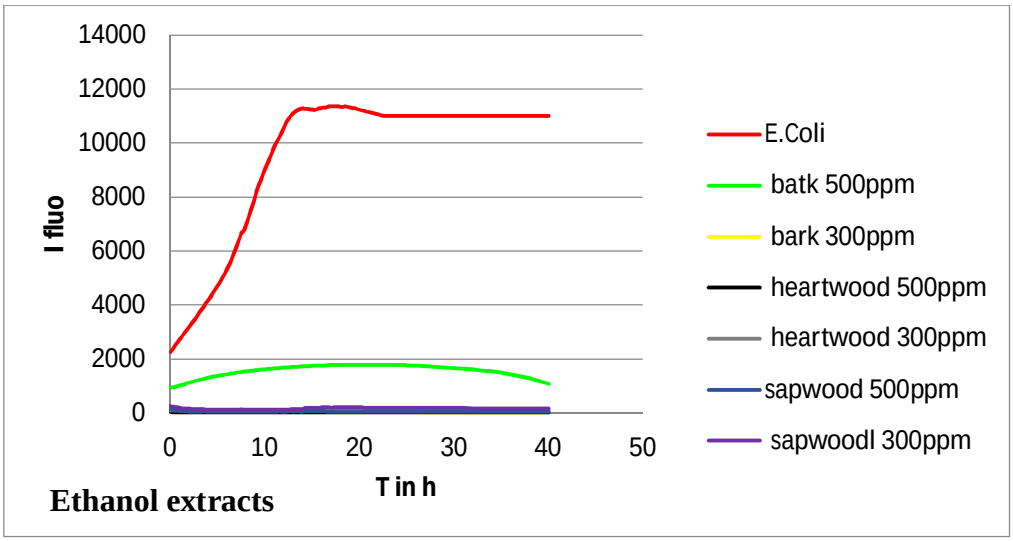
Les extraits de duramen semblent être moins antioxydants avec les solvants enregistrés avec les autres essences de même pour les extraits de l'aubier.

Pour les extraits d'Iroko, on fait le même constat que les extraits de Dabéma. Les extraits de duramen sont moins antioxydants quel que soit le solvant par rapport aux autres essences. De même pour les extraits d'écorces exceptés ceux à l'éthanol et à l'acétone qui ont des valeurs proches du BHT.

Après l'analyse des activités antioxydantes des différents extraits de chaque partie des bois, nous pouvons retenir que dans l'ensemble, ce sont les extraits obtenus à partir de l'éthanol, au mélange eau/éthanol et de l'acétone qui présentent les activités antioxydantes se rapprochant le plus de la catéchine et du BHT. Les extraits aqueux ou obtenus au dichlorométhane présentent des activités antioxydantes plus faibles. Ces résultats sont similaires aux travaux de la littérature indiquant les mêmes observations des résultats obtenus dans différents travaux sur des bois du Gabon de Mounguengui et al, (2016) et celui des extractibles d'écorce de bois d'Indonésie de Rosdiana et al, (2017) et du Sénégal (Serigne et al., 2017).

3.2.3 Propriétés antibactériennes

Les figures suivantes regroupent les résultats obtenus des essais effectués sur l'efficacité des extraits de bois d'Azobé sur *Escherichia coli* (*E. coli*).



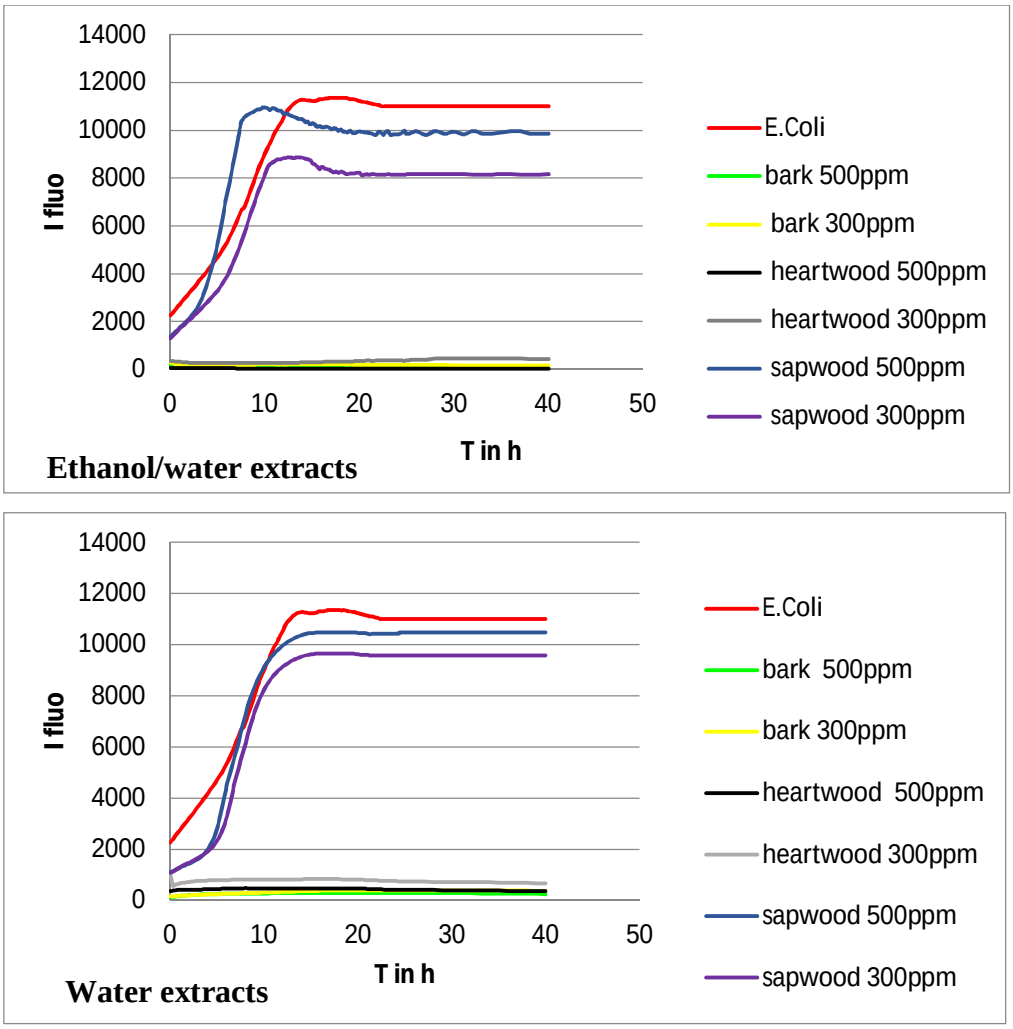
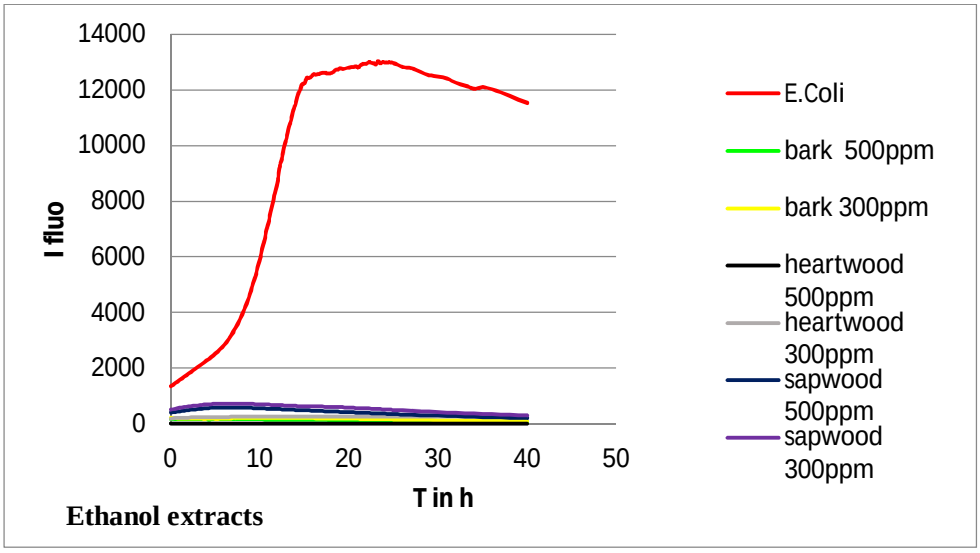


Figure 60 : Comparaison de l'efficacité des extraits d'Azobé

Ci-dessous, sont regroupés les résultats obtenus des essais réalisés avec les extraits de Tali sur *E. Coli*



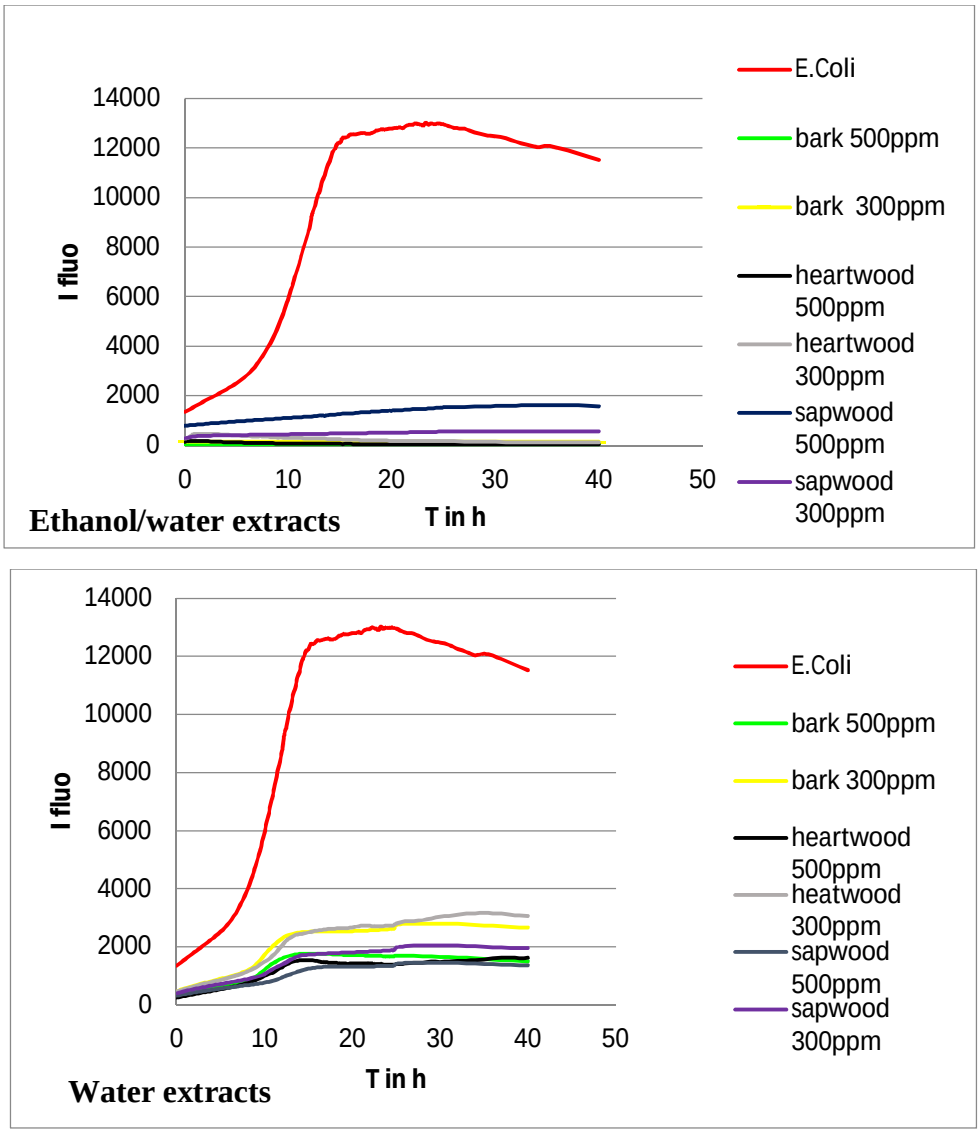
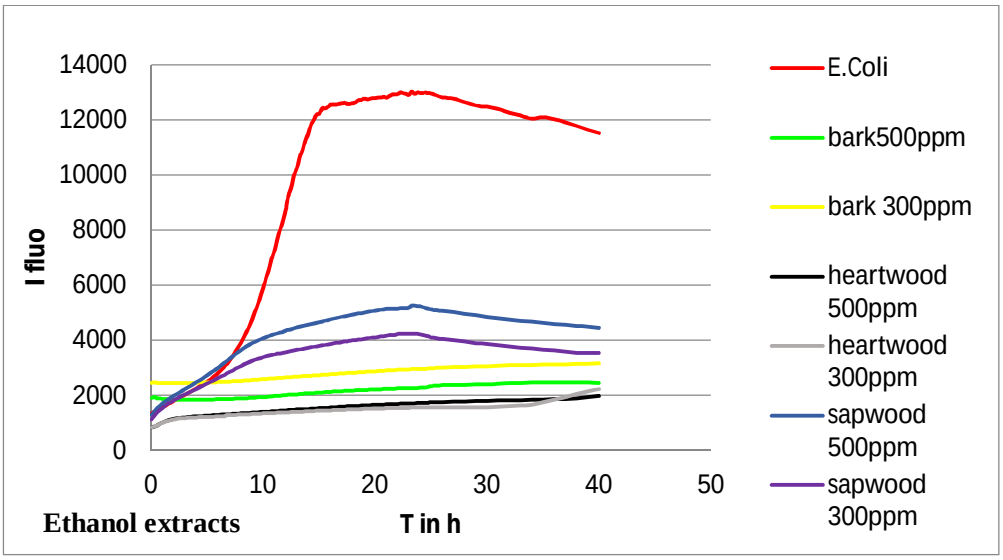
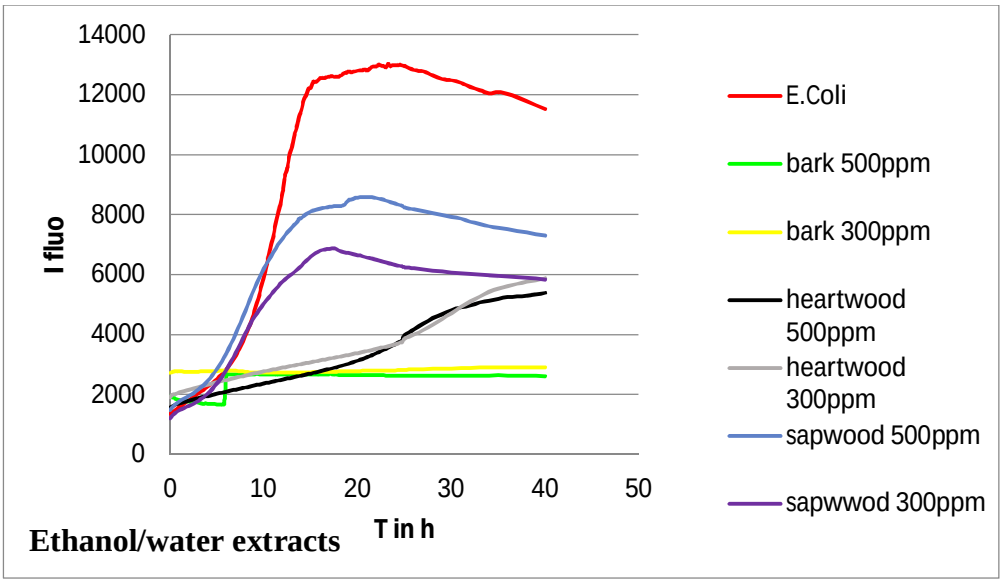


Figure 61 : Comparaison de l'efficacité des extraits de Tali

Les figures regroupées ci-dessous sont les résultats de l'efficacité des extraits de Dabéma sur *E. Coli*





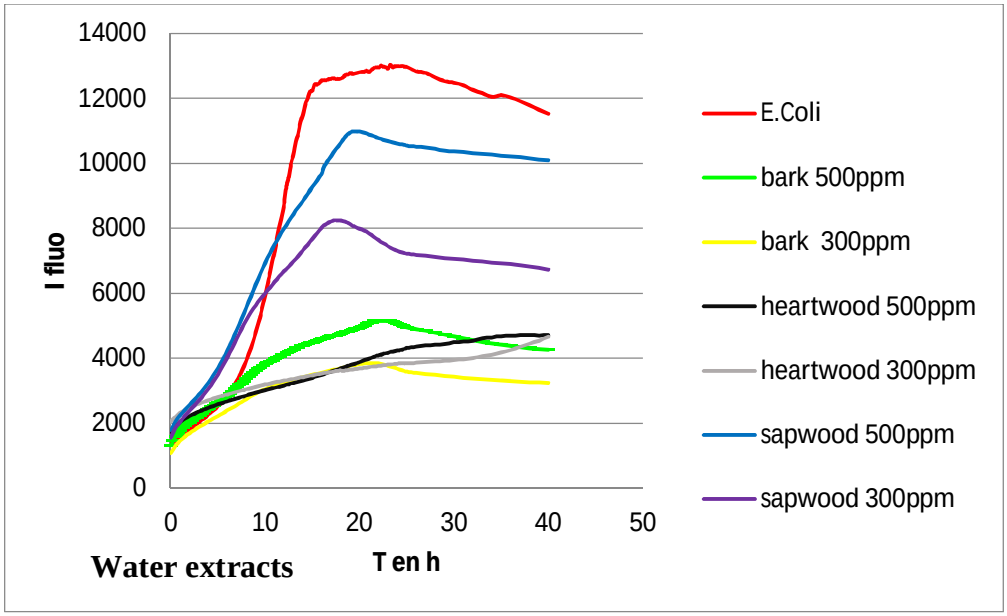
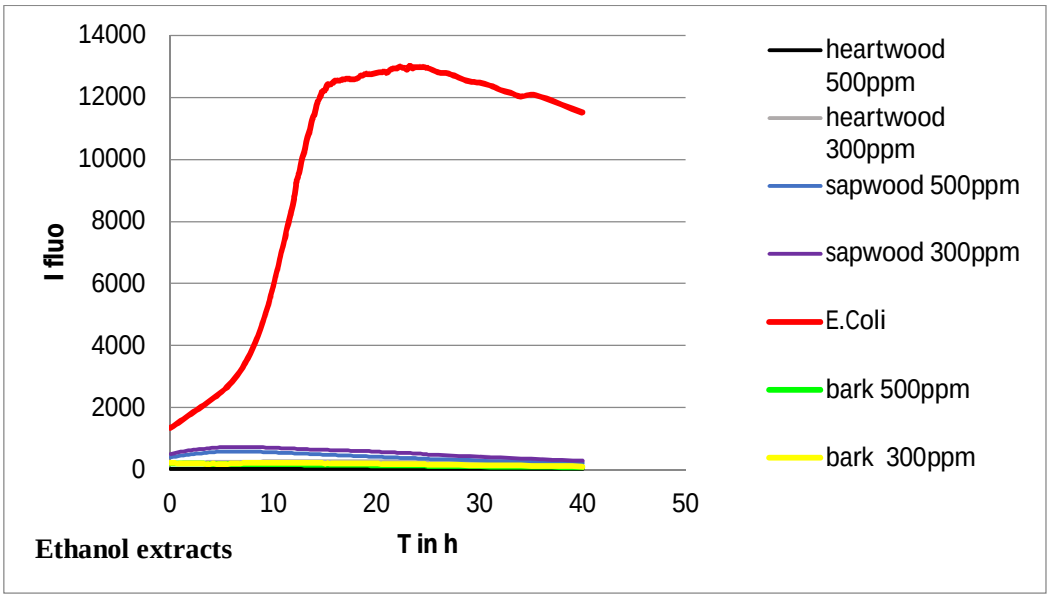
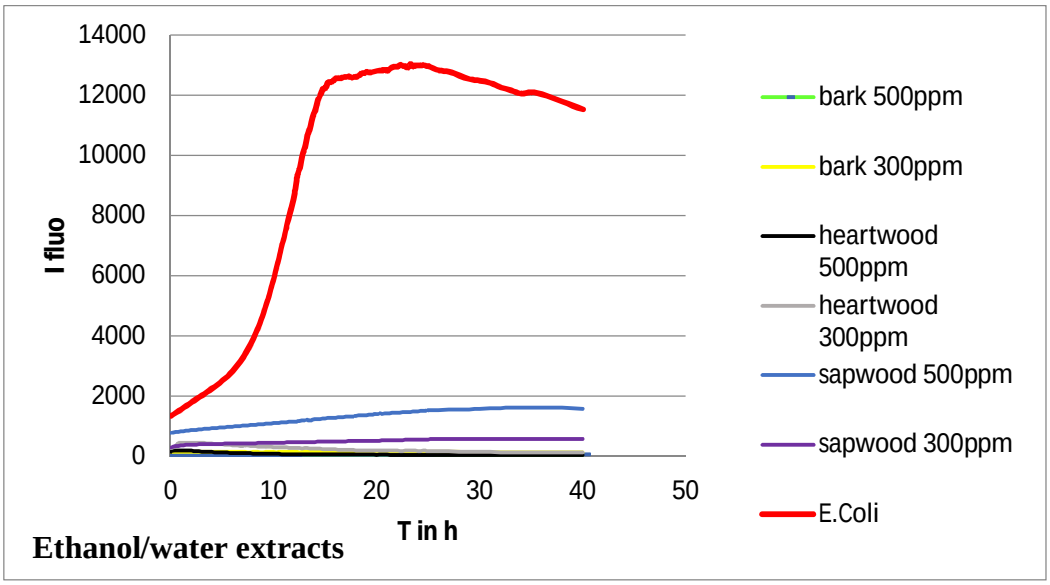


Figure 62 : Comparaison de l'efficacité des extraits de Dabéma

Les résultats ci-après sont ceux obtenus des essais des extraits de bois d'Iroko sur *E. Coli*





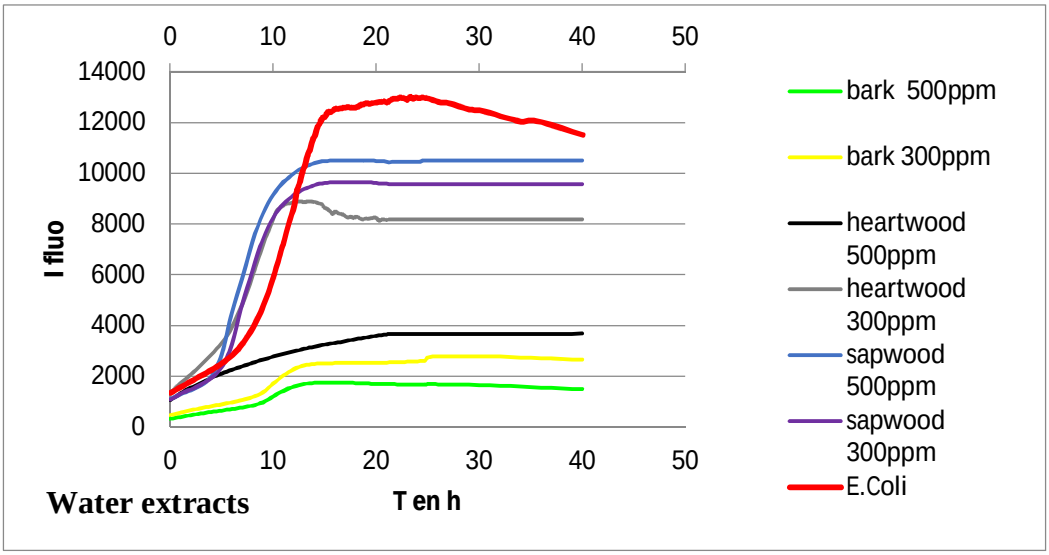


Figure 63 : Comparaison de l'efficacité des extraits d'Iroko

De manière générale, on remarque que les extraits obtenus à l'éthanol ou avec le mélange eau/éthanol des compartiments écorce et duramen ont un effet inhibiteur important de croissance d'*Escherichia coli*, et ce quelle que soit la concentration. Comparativement, les extraits aqueux présentent moins d'effet sur la croissance de la bactérie.

Les extraits d'aubier de l'Azobé obtenus avec le mélange eau/éthanol, ne sont pas efficaces pour inhiber la croissance de la bactérie, de même pour les extraits aqueux. On peut dire que les extraits d'écorce et de duramen sont bactéricides, alors que les extraits eau/éthanol et aqueux d'aubier sont bactériostatiques.

Les extraits éthanoliques ainsi que ceux obtenus avec le mélange eau/éthanol des différents compartiments de bois de Tali, sont bactéricides. Les extraits aqueux sont en revanche bactériostatiques, quel que soit le compartiment du bois utilisé.

Le constat avec les extraits de Dabéma montre que l'ensemble des extraits est bactériostatique. Les extraits aqueux présentent les plus faibles activités, suivis par les extraits eau/éthanol, puis des extraits éthanoliques.

Enfin, les extraits éthanoliques et eau/éthanol d'Iroko sont bactéricides quel que soit le compartiment. En revanche, les extraits aqueux sont bactériostatiques.

Afin de compléter ce travail, il aurait été intéressant de pouvoir travailler sur des concentrations moins importantes de manière à pouvoir déterminer les concentrations minimales inhibitrices. De même, l'étude aurait dû, comme cela a été prévu initialement, être étendue à d'autres bactéries, ce qui n'a malheureusement pas pu être réalisé du fait de la période de confinement imposée par la crise sanitaire.

CHAPITRE 4

Evaluation des extraits comme colorant naturel pour teindre du coton

4 Evaluation des extraits comme colorant naturel pour teindre du coton

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés aux propriétés tinctoriales des extraits aqueux des écorces des quatre essences étudiées, pouvant présenter des intérêts pour des applications ultérieures dans le domaine des colorants et de la teinture.

4.1 Matériels et Méthodes

Matériaux :

Support de teinture : il s'agit d'un tissu 100 % coton fourni par le Centre d'Essais Textile Lorrain (CETELOR) d'Epinal. Avant utilisation, il a été lavé à l'eau chaude (100 C°, 30 minutes) pour éliminer toute impureté.

Matériel végétal : nous avons disposé de la sciure d'écorces des quatre essences suivantes : Azobé, Iroko, Dabéma et Tali.

Mordants : les trois mordants utilisés lors du procédé de teinture sont des produits commerciaux qui ont été utilisés tels quels sans purification ultérieure.

Nom	Formule	Fournisseur
Sulfate de fer	$FeO_4S.7H_2O$	Fischer Scientific UK
Sulfate d'aluminium	$Al_2O_{12}S_3.18H_2O$	Acros Organics
Alun	$KAl(SO_4)_2.12H_2O$	ROTH

Méthodes

1) Extraction des colorants.

De manière à nous placer dans des conditions potentiellement transposables à plus grande échelle, nous avons choisi de ne travailler que sur les écorces en réalisant une extraction à l'eau additionnée ou non de soude par macération.

Protocole d'extraction par macération : 15 g de sciure d'écorce sont placés dans un erlenmeyer de 250 mL puis recouverts de 200 mL de solvant (eau ou solution alcaline à 0,1 ou 0,5 $molL^{-1}$

préparée à partir de NaOH (Riedel-deHaën). Le mélange est agité pendant 3h dans un bain-marie à 80°C. Le mélange est ensuite filtré sur un Büchner pour séparer la fraction solide d'écorce et la solution. La solution obtenue est centrifugée (10 minutes à 3000 rpm) puis conservée au froid et à l'abri de la lumière (réfrigérateur) pour éviter une possible dégradation.

Protocole d'extraction par ultrasons : 15g de sciure d'écorce sont placés dans un erlenmeyer de 250 mL puis recouverts de 200 mL de solvant comme précédemment. Le mélange est maintenu sous ultrasons durant 3h à 80°C. Le mélange est filtré, puis le filtrat centrifugé et la solution obtenue est conservée au froid dans un réfrigérateur.

Le taux d'extraits est déterminé après lyophilisation d'un volume de 10 mL par la formule ci-dessous :

$$Taux\ d'extraits\ (\%) = \frac{m_{b+e} - m_b}{m_s} \times 100$$

Où m_{b+e} représente la masse du ballon plus l'extrait, m_b la masse du ballon à vide et m_s la masse de la sciure sèche extraite.

Remarque : Après lyophilisation de 10 mL de solutions de soude à 0,1 et 0,5 mol.L^{-1} qui servent à l'extraction, les masses de soude présentes dans les lyophilisats représentent 0,04g et 0,20 g.

4.2 Caractérisation des extraits

4.2.1 Spectroscopie infrarouge

Les mesures sont réalisées avec un appareil NICOLET 6700 FT-IR couplé avec un accessoire Smart iTR. Les spectres en pourcentage transmittance ont été enregistrés entre 4000 et 650 cm^{-1}, avec 16 scans à 4 cm^{-1} et traités avec le logiciel OMNIC.

4.2.2 Spectroscopie UV-Vis

Les mesures sont réalisées avec un appareil SHIMADZU UV-2550. Les spectres ont été enregistrés entre 250-700 nm avec une largeur en pic de 5 nm, vitesse de balayage moyenne et un intervalle de 1,6 nm. Tous les spectres ont été traités par le logiciel UV Probe Version 2.30.

4.2.3 Teinture du Tissu :

La teinture a été réalisée sous simple agitation selon le procédé suivant. Dans un erlenmeyer de 250 mL, on place 1g de tissu en coton et 25 mL de solution d'extraits contenant 1g de mordant (sel de fer ou d'aluminium ou d'alun). Le coton reste immergé pendant 1h à 60°C sous agitation. Après teinture, le coton est rincé à l'eau chaude (30 °C) et séché à température ambiante.

4.2.4 Caractérisation des supports teints

Colorimétrie :

La couleur des échantillons a été mesurée dans le système CIEL*a*b* au moyen d'un colorimètre portatif Data Color D65°10 avec une source D65. La valeur de L* indique la clarté de la couleur du tissu et peut varier de 0 (noir) à 100 (blanc). Les valeurs a* et b* indiquent l'emplacement de l'échantillon dans les coordonnées de couleur. a* peut prendre des valeurs de –a* à +a* qui correspondent respectivement à la couleur verte et rouge. De même le paramètre b* peut varier de –b*(bleu) à +b*(jaune).

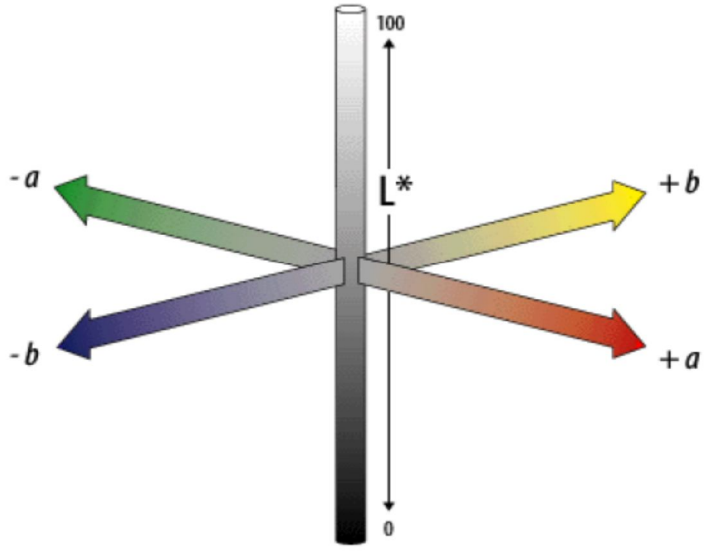


Figure 64 : Espace colorimétrique du système CIE-L*a*b*

Les paramètres ΔL*, Δa*, Δb* (c'est-à-dire l'écart de ces coordonnées entre l'état initial et l'état final) permettent également de déterminer le changement global de couleur, ΔE* de l'échantillon selon l'équation suivante.

$$\Delta E* = \sqrt{\Delta L*^2 + \Delta a*^2 + \Delta b*^2}$$

4.3 Protocoles pour tester la résistance de la teinture

Résistance aux lavages

Les échantillons sont soumis à plusieurs cycles de lavage selon les conditions suivantes :
Un Cycle = Echantillon coton de 1g teint + 1000 mL d'eau additionnée de 1 ml de détergent, chauffage à 30°C pendant 30 minutes. Un rinçage avec 1000 mL d'eau puis séchage (norme ISO 105-CO3).

Résistance au rayonnement UV

Les échantillons sont disposés dans un appareil QUV (Labomat Essor) équipé de tubes fluorescents UVA 340 nm et exposés au rayonnement pendant 5 jours. Ils sont prélevés régulièrement tous les jours pour caractérisation colorimétrique puis replacés dans l'appareil.

4.4 Résultats et Discussions

4.4.1 Caractérisations des extraits

Diverses techniques de caractérisation de nos colorants sous forme de poudre après lyophilisation ou sous forme liquide ont été mises en œuvre :

Par mesure gravimétrique pour déterminer le taux en extraits, par spectrométrie infrarouge pour l'identification des fonctions spécifiques,

Par chromatographie liquide haute performance dans le but d'identifier les molécules contenues dans les solutions extraites,

Par spectrométrie UV-Vis sur des solutions diluées pour caractériser la zone d'absorption des chromophores.

Concernant les deux dernières techniques, notons que les chromatogrammes et les spectres d'absorption UV-Visibles n'ont pas permis d'obtenir de résultats exploitables qui ne sont pas présentés ici.

4.4.2 Détermination du taux d'extraits par gravimétrie

Le tableau 16 regroupe les résultats obtenus après lyophilisation de 10 mL des différentes solutions de colorants extraits à l'eau ou à la soude, soit par un simple procédé de macération, soit à l'aide d'un bain à ultrasons.

Tableau 16 : Rendements (%) en extraits des quatre essences

Solutions d'extraction	**Essences**	**Macération(%)**	**Ultrason(%)**
Eau	Azobé	3,93±0,03	4,00±0,40
Solution NaOH (0,1 mol/L)	Azobé	6,80±0,01	5,33±0,10
Solution NaOH (0,5 mol/L)	Azobé	8,33±0,01	5,00±0,30
Eau	Tali	1,35±0,08	1,28±0,4
Solution NaOH (0,1 mol/L)	Tali	1,73±0,01	1,53±0,1
Solution NaOH (0,5 mol/L)	Tali	4,33±0,01	3,87±0,3

Solutions d'extraction	Essences	Macération(%)	Ultrason(%)
Eau	Dabéma	2,15±0,80	1,60±0,60
Solution NaOH (0,1 mol/L)	Dabéma	2,80±0,60	2,90±0,10
Solution NaOH (0,5 mol/L)	Dabéma	4,60±0,50	4,32±0,90
Eau	Iroko	2,13±0,60	1,92±0,40
Solution NaOH (0,1 mol/L)	Iroko	3,20±0,90	2,93±0,60
Solution NaOH (0,5 mol/L)	Iroko	5,70±0,70	4,48±0,80

Les résultats des deux méthodes d'extraction (macération et ultrasons) de nos colorants, montrent que le rendement est globalement supérieur avec le procédé de macération qui sera le procédé retenu pour la suite des manipulations. Il semble que la méthode par ultrasons n'ait pas d'effet considérable/bénéfique sur le rendement d'extraction. On remarque que les rendements obtenus sont supérieurs lorsque la solution alcaline est utilisée. L'extraction par la solution alcaline est d'autant plus importante que la concentration de soude augmente. Ceci s'explique aisément par l'aptitude des composés à se solubiliser en phase aqueuse lorsque le pH permet leur déprotonation et le passage à une forme phénol.

4.4.3 Spectroscopie infra-rouge

La figure 50 présente les spectres FTIR des extraits secs obtenus suite aux extractions par macération à l'eau des écorces des quatre essences.

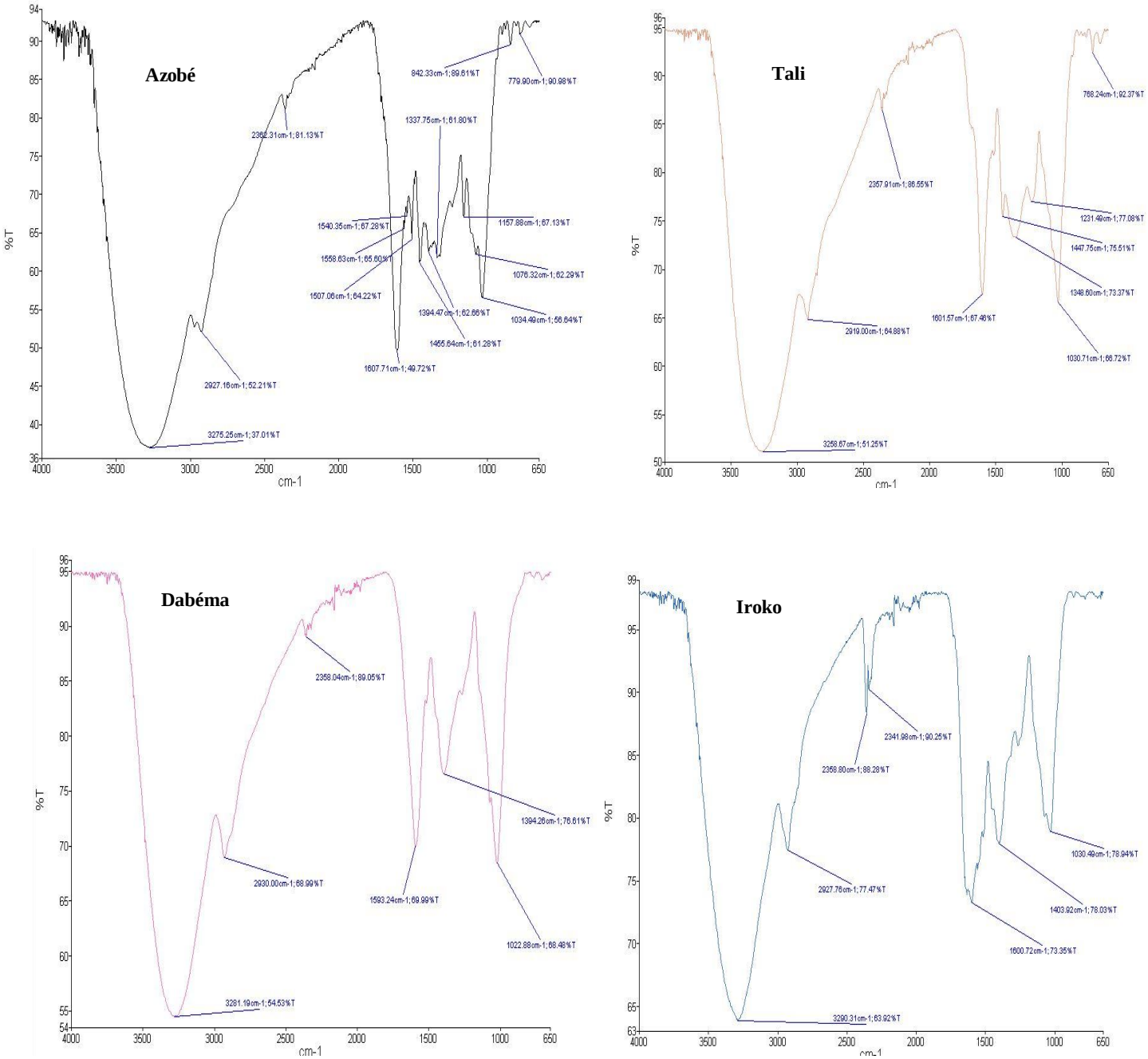


Figure 65 : Spectres FTIR des extraits secs après lyophilisation des écorces extraites par macération à l'eau

L'observation des spectres infrarouge des différents extraits secs, indique la présence de bandes intense à 3200 cm^{-1} correspondant à la vibration de valence de liaisons O-H des structures aromatiques et aliphatiques. Les bandes à 2900 cm^{-1} correspondent à la présence des liaisons CH_2 et CH_3 aliphatique. Les bandes à 1600 cm^{-1} et 1500 cm-1 sont attribuées aux liaisons C=C présentes dans des systèmes aromatiques tels que les tannins, les lignanes des flavonoïdes ou

autres composés aromatiques. Les bandes dans la zone de 1000 cm^{-1} sont caractéristiques de liaison C-O. A la vue de ces différentes bandes d'absorption, il ressort que les extraits obtenus par macération à l'eau ont la présence de composés phénoliques.

4.4.4 Application teinture

4.4.4.1 Influence des conditions d'extraction

L'écart global de couleur entre le coton blanc (servant de référence) et le coton juste après teinture (ΔE) a été calculé à l'aide des équations 1 et 2 ci-après.

$$E=(L_f-L_i)^2+(a_f^*-a_i^*)^2+(b_f^*-b_i^*)^2 \quad \textbf{(1)}$$

$$\Delta E^* = \sqrt{\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}} \quad \textbf{(2)}$$

(i :initial, f : final), ou E est Empfindung (sensation) et ΔE l'écart de couleur après teinture

Tableau 17 : Valeurs des paramètres de couleur des échantillons teints et non teints

Echantillons	**Essences**	**L***	**a***	**b***	**ΔE**
	Azobé				
Tissu blanc		93,47	0,93	-5,58	
Tissu teint avant lavage. Colorant eau		65,51	7,44	12,69	35,14
Tissu teint avant lavage. Colorant NaOH 0,1 $mol.L^{-1}$		64,27	18,25	11,63	39,05
	Tali				
Tissu teint avant lavage. Colorant eau		56,8	11,92	16,94	44,41
Tissu teint avant lavage. Colorant NaOH 0,1 $mol.L^{-1}$		47,49	15,15	9,59	51,17
	Dabéma				
Tissu teint avant lavage. Colorant eau		82,04	3,15	4,17	15,80
Tissu teint avant lavage. Colorant NaOH 0,1 $mol.L^{-1}$		66,05	6,76	14,66	34,57

Echantillons	Essences	L*	a*	b*	ΔE
	Iroko				
Tissu teint avant lavage. Colorant eau		63,36	13,78	22,96	43,43
Tissu teint avant lavage. Colorant NaOH 0,1 mol.L^{-1}		46,65	1,39	10,33	49,45

Pour les échantillons teints avec les colorants obtenus à partir d'écorce de bois d'Azobé, on remarque que les valeurs de L* passe de 93,47 pour le tissu blanc à 65,51 pour le tissu teint avec le colorant aqueux et à 64,27 avec le colorant alcalin soit un assombrissement pratiquement équivalent. En revanche les valeurs de a* et b* augmentent davantage lorsque le colorant alcalin est utilisé par rapport aux valeurs références, et cela dénote un rougissement et un jaunissement plus important en se référant à l'espace colorimétrique CIEL L* a* b*.

Les colorants obtenus avec l'écorce de bois de Tali montrent que la teinture faite par la solution alcaline entraine une coloration beaucoup plus foncée qu'en absence de soude. On observe une variation importante de L* et par conséquent une valeur de ΔE très élevée là aussi. Par contre, les coordonnées a* et b* diminuent lors de l'utilisation du colorant à base de soude différemment à ce qui avait été observé avec l'Azobé.

L'usage de la solution alcaline de colorant d'écorces de bois de Dabéma, conduit à l'obtention d'un échantillon globalement plus foncé, L* diminuant significativement. Les coordonnées a* et b* augmentent également de façon nette dénotant une teinte tirant davantage vers le rouge et le jaune.

Concernant les colorants issus des écorces d'Iroko, les résultats indiquent que la teinture par la solution alcaline permet d'avoir une coloration plus foncée que celle obtenue à partir de la solution aqueuse. Pour l'échantillon teint avec la solution aqueuse, les coordonnées a* et b* sont considérablement affectées alors qu'elles le sont moins avec l'échantillon teint à la solution alcaline. L'échantillon a une coloration principalement jaune.

L'ensemble de ces modifications de couleurs est conforté visuellement comme le montre la figure 51.

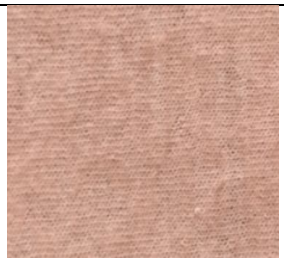
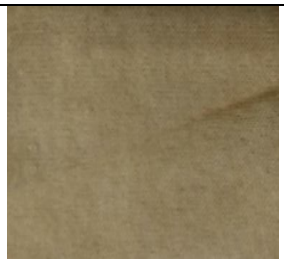
Essences	Colorant aqueux	Colorant alcalin
Azobé		
Tali		
Dabéma		
Iroko		

Figure 66 : Aspect visuel des échantillons teints avec les colorants issus d'écorces, aqueux et alcalins des quatre essences

4.4.4.2 Teinture en présence ou non de mordants

4.4.4.2.1 Systèmes à l'eau

Le tableau 18 regroupe les valeurs des paramètres L*, a* et b* qui permettent de caractériser la couleur des échantillons de coton teints en présence ou en absence de mordants.

L'aspect visuel des différents échantillons de coton teints avec les colorants issus des écorces des quatre essences étudiées en présence ou non des différents mordants est rassemblé dans la figure 52.

Tableau 18 : Comparaison de l'effet des mordants avec les colorants aqueux

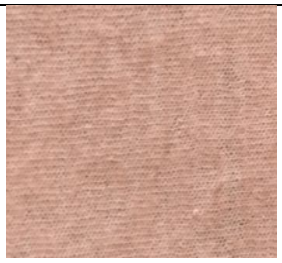
Essences	Echantillons	L*	a*	b*	ΔL*	Δa*	Δb*	ΔE
Azobé	Sans mordant	65,51	7,44	12,69				
	Alun	70,53	8,80	17,08	5,02	1,36	4,39	6,81
	Sulfate d'aluminium	68,08	8,44	15,57	2,57	1,00	2,88	3,99
	Sulfate de fer	41,83	0,43	0,33	-23,68	-7,01	-12,36	27,62
Tali	Sans mordant	56,80	11,92	16,94				
	Alun	53,80	12,61	31,74	-3,00	0,69	14,80	15,12
	Sulfate d'aluminium	60,98	11,60	22,01	4,18	-0,32	5,07	6,58
	Sulfate de fer	17,88	-0,17	0,01	-38,92	-12,09	-16,93	44,13
Dabéma	Sans mordant	82,04	3,15	4,17				
	Alun	70,86	5,56	20,08	-11,18	2,41	15,91	19,59
	Sulfate d'aluminium	74,31	4,46	18,66	-7,73	1,31	14,49	16,47
	Sulfate de fer	56,10	7,28	24,43	-25,94	4,13	20,26	27,55
Iroko	Sans mordant	63,36	13,78	22,96				
	Alun	59,52	11,02	20,12	-3,84	-2,76	-2,84	5,52
	Sulfate d'aluminium	58,2	11,18	19,59	-5,16	-2,60	-3,37	6,69
	Sulfate de fer	42,64	5,65	21,48	-20,72	-8,13	-1,48	22,31

Avec le colorant obtenu à partir d'écorce d'Azobé, les mordants à base d'aluminium entrainent un léger éclaircissement de la teinte et un léger rougissement, mais aussi un jaunissement de l'échantillon. L'utilisation d'un mordant à base de fer modifie profondément la couleur en la fonçant énormément et en atténuant de façon considérable le rougissement /jaunissement. L'échantillon a un aspect de coloration qui tend vers du bleu. Les valeurs de ΔE sont importantes quel que soit le mordant utilisé 3,99 ; 6,81 et 27,62 respectivement pour les mordants sulfate d'aluminium, alun et sulfate de fer.

L’utilisation de mordants à base d’aluminium sur le colorant obtenu avec le Tali entraine principalement un jaunissement des échantillons, alors que celle du sulfate de fer conduit à des échantillons globalement plus foncés avec L*, a*, et b* qui diminuent de façon significative, La couleur tendant vers le noir.

L’usage de mordants pour réaliser les teintures des échantillons avec le colorant obtenu avec le Dabéma, permet d’avoir des échantillons plus foncés comparativement aux échantillons teints sans mordant (les valeurs de L* diminuent). On remarque également des valeurs de Δb* qui sont très élevées, dénotant une tendance au jaunissement.

Enfin, l’utilisation de mordants avec le colorant obtenu avec l’iroko permet d’avoir des échantillons plus foncés. On remarque également que les mordants n’entrainent pas de modifications des valeurs chromatiques Δa* et Δb*, excepté avec le sulfate de fer conduisant à une valeur de Δa* très différente de Δb* qui signifie que l’échantillon prend une couleur verte. Ces modifications de couleur entraînées par l’utilisation de mordants sont en cohérence avec les travaux réalisés par Purwanto (2019) et Saha Tchinda (2013).

Essence	Sans mordant	Alun	Sulfate d’aluminium	Sulfate de Fer
Azobé				
Tali				
Dabéma				

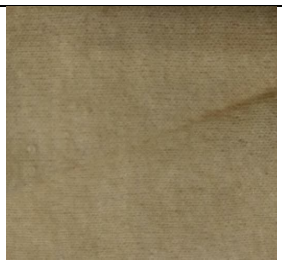
Essence	Sans mordant	Alun	Sulfate d'aluminium	Sulfate de Fer
Iroko				

Figure 67 : échantillons teints avec les colorants aqueux des quatre essences

4.4.4.2.2 Systèmes extraits à la soude

Le tableau 19 rassemble les valeurs des paramètres L*, a*, b* pour les échantillons teints à partir de la solution alcaline de colorant (NaOH 0,1 mol. L^{-1}) en présence et en absence de mordants. L'aspect visuel des échantillons de coton est rapporté dans la figure 53.

Tableau 19 : Comparaison de l'effet des mordants avec les colorants alcalins

Essences	Echantillons	L*	a*	b*	ΔL*	Δa*	Δb*	ΔE
Azobé	Sans mordant	64,27	11,63	18,25				
	Alun	62,92	11,47	21,19	-1,35	-0,16	2,94	3,24
	Sulfate d'aluminium	64,75	10,23	18,47	0,48	-1,40	0,22	1,49
	Sulfate de fer	54,21	2,10	10,27	-10,06	9,53	-7,98	15,99
Tali	Sans mordant	47,49	9,59	15,15				
	Alun	52,2	9,00	27,13	4,71	-0,59	11,98	12,88
	Sulfate d'aluminium	46,64	8,13	23,27	-0,85	-1,46	8,12	8,29
	Sulfate de fer	32,15	-0,15	3,42	-15,34	-9,74	-11,73	21,63
Dabéma	Sans mordant	66,05	6,76	14,66				
	Alun	62,91	6,45	18,66	-3,14	-0,31	4	5,09
	Sulfate d'aluminium	59,17	6,35	17,81	-6,88	-0,41	3,15	7,57

Essences	Echantillons	L*	a*	b*	ΔL*	Δa*	Δb*	ΔE
	Sulfate de fer	48,98	4,70	16,72	-17,07	-2,06	2,06	17,31
Iroko	Sans mordant	46,65	1,39	10,33				
	Alun	72,39	5,93	20,4	25,74	4,54	10,07	28,01
	Sulfate d'aluminium	69,32	6,32	21,93	22,67	4,93	11,6	25,93
	Sulfate de fer	52,4	9,62	27,19	5,75	8,23	16,86	19,62

Contrairement aux résultats précédents obtenus avec le colorant aqueux d'écorce d'Azobé, l'utilisation des mordants à base d'aluminium n'entraîne pratiquement pas de modifications de la luminance ou des coordonnées chromatiques lors de la teinture avec le colorant alcalin d'écorce d'Azobé. L* reste proche de 64, a* de 11 et b* de 18.

En revanche, l'utilisation de sulfate de fer impacte significativement la couleur de l'échantillon avec un fort assombrissement (10 points de luminance) et des coordonnées chromatiques a* et b* qui tirent moins vers le rouge et le jaune.

L'écart global de couleur entre les échantillons teints à l'aide de mordants et sans mordants traduit bien ces observations puisqu'il vaut 1,49 et 3,24 pour la teinture réalisée respectivement à partir du sulfate d'aluminium et d'alun et s'élève à 15,99 pour les échantillons teints avec le sulfate de fer.

Le colorant alcalin obtenu à partir du Tali, utilisé avec les différents mordants, montre que nous n'avons pas de modification de la luminance observable avec le sulfate d'aluminium avec des valeurs de L* très proches, mais aussi une modification par éclaircissement avec l'alun. En revanche avec le sulfate de fer, on obtient un échantillon très foncé.

Les valeurs chromatiques de a* sont peu impactées par l'usage des mordants à base d'aluminium (sulfate d'aluminium et alun) par contre celles de b* augmentent. L'utilisation de sulfate de fer modifie considérablement les valeurs chromatiques de a* et b*.

Pour le Dabéma, on remarque une diminution de L* avec tous les mordants. Les valeurs chromatiques de a* restent inchangées avec le sulfate d'aluminium et l'alun, alors qu'elles diminuent avec le sulfate de fer. Les valeurs de b* augmentent, la couleur des échantillons tendant vers du jaune.

L'usage de mordant, avec le colorant alcalin obtenu avec l'iroko, montre que ces derniers favorisent l'éclaircissement des échantillons (valeurs de L* augmente). Cela impacte également les valeurs chromatiques de a* et b*, ces dernières augmentent dans tous les cas en tendant vers le jaune.

Essence	Sans mordant	Alun	Sulfate d'aluminium	Sulfate de Fer
Azobé				
Tali				
Dabéma				
Iroko				

Figure 68 : échantillons teints avec les colorants alcalins des quatre essences

4.4.4.3 Comparaison des systèmes aqueux et alcalin

Lorsque la teinture est réalisée en milieu basique (solution de soude à 0,1 mol. L^{-1} soit pH de l'ordre de 13), on observe des variations des coordonnées chromatiques et de couleurs

généralement plus faibles que lorsque la teinture s'effectue en milieu aqueux. Il est vraisemblable que la présence des ions hydroxyde OH^- perturbe la fixation du colorant et favorise la précipitation d'hydroxydes métalliques. Nous avons observé en effet la formation d'un précipité de couleur vert foncé pour les solutions de teinture alcalines en présence de sulfate de fer selon l'équation $Fe^{2+} + 2OH^- \rightarrow Fe(OH)_2$

Compte tenu du produit de solubilité du dihydroxyde de fer ($Ks = 10^{-15}$), le pH de début de précipitation peut être déterminé et vaut environ 8.

On peut penser que le précipité se dépose à la surface des échantillons de coton entraînant une faible interaction avec les colorants et de ce fait, une faible rétention du colorant par le coton.

Pour les solutions de teinture contenant les mordants à base de sels d'aluminium, de telles réactions de précipitation n'ont pas été observées.

4.4.4.4 Résistance des teintures au lavage

4.4.4.4.1 Cas des systèmes sans mordants

**** Système extrait à l'eau***

Le tableau 20, présente l'évolution de la variation de couleur des échantillons teints par les colorants en solution aqueuse des quatre essences en absence de mordant en fonction du nombre de lavages.

Tableau 20 : Résistance de la teinture aqueuse au cours des lavages

Nombre de lavage	Essences	L*	a*	b*	ΔE
	Azobé				
Aucun lavage		65,51	7,44	12,69	/
1 lavage		70,32	4,87	8,73	6,74
2 lavages		71,05	4,93	8,48	7,40
3 lavages		72,18	4,02	7,46	8,86
4 lavages		72,97	3,35	7,83	9,80
5 lavages		73,03	3,19	7,3	10,22

Nombre de lavage	Essences	L*	a*	b*	ΔE
	Tali				
Aucun lavage		56,8	11,92	16,94	/
1 lavage		57,86	10,00	11,81	5,58
2 lavages		57,65	9,99	11,81	5,55
3 lavages		58,5	9,95	12,30	5,32
4 lavages		58,54	9,95	12,40	5,32
5 lavages		58,52	9,79	12,40	5,29
	Dabéma				
Aucun lavage		82,04	3,15	4,17	/
1 lavage		87,76	1,16	4,67	6,07
2 lavages		88,54	1,06	4,77	6,85
3 lavages		89,32	0,92	3,67	7,63
4 lavages		89,51	0,83	3,44	7,86
5 lavages		89,62	0,80	2,67	8,08
	Iroko				
Aucun lavage		63,36	13,78	22,96	/
1 lavage		77,36	7,62	14,77	17,32
2 lavages		78,68	6,90	13,59	19,23
3 lavages		79,93	6,37	12,76	20,82
4 lavages		80,67	6,01	12,48	21,68
5 lavages		81,02	6,38	12,63	21,76

Après le premier lavage de l'échantillon teint avec le colorant à l'eau obtenu avec l'Azobé, la variation de couleur est très importante avec une valeur de ΔE de 6,74, toutes les coordonnées chromatiques et la luminance étant affectées de façon sensible.

Au cours des lavages suivants, la couleur continue d'évoluer mais de façon plus modérée. Néanmoins, il ressort qu'au bout de cinq lavages, la couleur de l'échantillon n'est toujours pas stabilisée et ΔE continue d'augmenter. Ces résultats démontrent des interactions faibles entre le colorant et le substrat.

On note avec le colorant du Tali, qu'après le premier lavage, la variation de couleur est assez importante avec une valeur de ΔE de l'ordre de 5,6 du fait d'une baisse de a* et b* sensible et

d’une augmentation de luminance d’une unité. Au cours des lavages suivants, la couleur reste stable. Ces résultats démontrent une bonne interaction entre le colorant aqueux de Tali et le substrat.

On observe dès le premier lavage avec le colorant obtenu avec le Dabéma, une variation de ΔE très importante puis progressivement, on remarque une stabilisation de la teinte. L’écart de couleur ΔE évolue au cours des différents lavages, ce qui dénote une interaction de faible qualité entre le colorant et le substrat.

Enfin, les valeurs obtenues de l’échantillon teint avec le colorant de l’iroko montrent une évolution de la couleur de l’échantillon. La valeur du paramètre L* évolue considérablement dès le premier lavage, de même pour les valeurs des paramètres a* et b*. La valeur de ΔE continue à évoluer au cours des lavages montrant une mauvaise fixation du colorant sur le substrat. On remarque néanmoins une stabilisation à partir du quatrième lavage de l’échantillon.

* *Système extrait à la soude*

L’évolution de la variation de couleur des échantillons teints par les colorants extraits en solution alcaline des quatre essences en absence de mordants en fonction du nombre de lavages est décrite dans le tableau 21.

Tableau 21 : Résistance de la teinture alcaline au cours des lavages

Nombre de lavage	**Essence**	**L***	**a***	**b***	**ΔE**
	Azobé				
Aucun lavage		64,27	11,63	18,25	/
1 lavage		79,77	5,48	10,86	18,24
2 lavages		80,26	5,38	10,47	18,85
3 lavages		81,26	4,98	9,85	20,09
4 lavages		82,44	4,56	9,27	21,94
5 lavages		83,54	4,49	9,55	21,95

Nombre de lavage	Essence	L*	a*	b*	ΔE
	Tali				
Aucun lavage		47,49	9,59	15,15	/
1 lavage		57,93	8,42	14,02	10,57
2 lavages		58,35	8,43	14,19	10,96
3 lavages		58,30	8,49	14,35	10,90
4 lavages		58,29	8,25	14,21	10,92
5 lavages		58,19	8,11	14,25	10,84
	Dabéma				
Aucun lavage		66,05	6,76	14,66	/
1 lavage		79,64	3,84	10,75	14,44
2 lavages		80,93	3,47	10,14	15,90
3 lavages		81,23	3,41	10,11	16,20
4 lavages		82,88	3,38	9,98	17,79
5 lavages		84,86	3,32	9,95	19,69
	Iroko				
Aucun lavage		46,66	1,39	10,33	/
1 lavage		88,66	1,25	2,97	42,65
2 lavages		89,47	1,09	1,61	43,69
3 lavages		89,95	1,00	1,35	44,22
4 lavages		89,96	0,95	1,28	44,24
5 lavages		90,02	0,92	1,16	44,33

Une variation de couleur très importante est observée dès le premier lavage de l'échantillon teint avec le colorant alcalin d'Azobé, se caractérisant par un très net éclaircissement de la teinte. La couleur de l'échantillon n'évolue plus. La couleur obtenue à ce stade est particulièrement délavée résultant d'une faible fixation du colorant.

Pour le Tali, on observe un éclaircissement très net de l'échantillon dès le premier lavage impactant fortement la valeur de ΔE qui avoisine 10,6. On note en revanche que la couleur de l'échantillon n'évolue plus au cours des lavages suivants, les valeurs de L*, a* et b* ayant des valeurs quasi constantes. L'accrochage du colorant alcalin du Tali semble meilleur comparé à celui de l'Azobé.

Pour le Dabéma, une évolution de la couleur de l'échantillon au cours des différents lavages est observée. Cette évolution correspond à un éclaircissement prononcé avec une augmentation de la valeur de L*. En revanche, les valeurs de a* restent pratiquement constantes et celles de b* évoluent très légèrement après le premier lavage. Les variations de l'écart de couleur ΔE montrent que la fixation du colorant alcalin de Dabéma est faible.

Les mêmes observations de décoloration des échantillons sont faites avec le colorant obtenu avec l'Iroko en milieu alcalin. Une décoloration prononcée dès le premier essai de lavage est observée, La teinture ne résiste absolument pas au lavage puisque les valeurs des paramètres L*, et a* à la fin des cinq lavages se rapprochent même des valeurs de L*, et a* qui avaient été mesurées pour un échantillon brut de coton blanc non teint. Ces observations permettent de dire qu'il n'y a pas d'interaction forte entre le colorant et le substrat.

4.4.4.4.2 Cas des systèmes avec mordants

Systèmes extraits à l'eau

Le tableau 22 présente les variations de couleur des échantillons teints par les colorants en solution aqueuse en présence ou absence de mordants au cours des lavages.

Tableau 22 : Effet des mordants sur la fixation de la teinture au cours des lavages pour les échantillons teints avec les colorants aqueux des quatre essences

Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE	Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE
Azobé	Sans mordant	0	65,51	7,44	12,69		Tali	Sans mordant	0	56,8	11,92	16,94	
		1	70,32	4,87	8,73	6,74			1	57,86	10	11,81	5,58
		2	71,05	4,93	8,48	7,40			2	57,65	9,99	11,81	5,55
		3	72,18	4,02	7,96	8,86			3	58,5	9,95	12,38	5,32
		4	72,97	3,35	7,83	9,80			4	58,54	9,95	12,4	5,32
		5	73,03	3,19	7,23	10,22			5	58,52	9,85	12,41	5,29
	Sulfate de fer	0	41,83	0,43	0,33			Sulfate de fer	0	17,88	-0,17	0,06	
		1	43,34	2	5,63	5,73			1	19,64	1,02	1,35	2,51
		2	43,58	2,15	5,89	6,08			2	20,54	1,08	1,75	3,42
		3	44,13	2,38	6,07	6,48			3	21,39	1,67	2,43	4,65
		4	44,68	2,46	6,39	7,00			4	22,69	1,87	2,86	5,95
		5	45,16	2,78	6,79	7,64			5	23,74	2,08	3,2	7,04
	Alun	0	70,53	8,8	17,08			Alun	0	58,98	12,6	31,74	
		1	67,85	5,49	10,95	7,46			1	53,83	9,98	16,11	16,67
		2	67,76	5,46	10,91	7,54			2	53,9	9,46	15,55	17,26
		3	67,71	5,45	9,87	8,44			3	54,48	9,39	15,53	17,13
		4	67,68	5,43	9,56	8,72			4	55,19	9,27	15,43	17,07
		5	67,66	5,38	9,32	8,95			5	57,97	8,61	14,13	18,09
	Sulfate d'aluminium	0	68,08	8,44	15,57			Sulfate d'aluminium	0	60,98	11,6	22,01	
		1	69,33	5,53	11,29	5,50			1	58,88	8,79	14,68	8,12
		2	70,21	6,23	11,36	5,21			2	58,23	9,1	14,56	8,33
		3	70,48	6,58	11,58	5,09			3	58,25	9,58	14,53	8,21
		4	71,36	6,78	11,79	5,27			4	57,65	10	14,36	8,49
		5	71,92	6,75	12,8	5,61			5	57,16	10,4	14,26	8,72

Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE	Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE
Dabéma	Sans mordant	0	82,04	3,15	4,17		Iroko	Sans mordant	0	63,36	13,78	22,96	
		1	87,76	1,16	4,64	6,07			1	77,32	7,62	14,77	17,32
		2	88,54	1,06	4,77	6,85			2	78,68	6,9	12,59	19,23
		3	89,32	0,92	3,67	7,63			3	79,93	6,37	12,76	20,82
		4	89,51	0,83	3,44	7,86			4	80,67	6,01	12,48	21,68
		5	89,62	0,8	2,67	8,08			5	81,02	6,38	12,63	21,76
	Sulfate de fer	0	56,1	7,28	24,43			Sulfate de fer	0	63,65	13,56	31,16	
		1	59,07	11,77	29,64	7,49			1	63,58	11,59	26,17	5,35
		2	60,62	12,35	30,26	8,95			2	62,36	9,36	20,87	11,19
		3	60,47	12,49	30,19	8,91			3	61,05	9,08	20,15	12,11
		4	60,86	12,48	30 ,17	8,09			4	60,62	9,02	19,67	12,72
		5	60,82	12,35	30,14	8,98			5	61,32	8,85	19,26	13,01
	Alun	0	70,86	5,56	20,08			Alun	0	59,52	11,02	20,18	
		1	71,68	5,5	16,11	4,05			1	63,25	10,8	17,74	4,46
		2	76,49	4,5	15,05	7,62			2	64,9	10,46	15,64	7,06
		3	77,83	4,17	14,06	9,31			3	66,89	9,86	14,06	9,65
		4	78,81	3,78	13,19	10,67			4	67,41	9,56	13,45	10,47
		5	83,89	2,61	9,78	16,87			5	67,66	9,36	12,23	11,5
	Sulfate d'aluminium	0	56,1	7,28	24,43			Sulfate d'aluminium	0	58,2	11,18	19,59	
		1	59,07	11,77	29,64	4,2			1	63,52	10,71	17,9	5,6
		2	60,62	12,35	30,26	9,22			2	66,07	10,3	15,34	8,99
		3	60,47	12,49	30,19	10,18			3	68,74	9,63	13,93	12,06
		4	60,86	12,48	30,17	10,31			4	70,29	9,21	12,65	14,04
		5	60,82	12,35	30,14	14,75			5	70,58	8,82	13,01	14,22

Pour le colorant issu des écorces d'Azobé, quelle que soit la solution de teinture étudiée, la variation de couleur la plus importante est observée après le premier lavage (ΔE entre 5,50 et 7,46) démontrant une fixation du colorant relativement faible. Au suivant, on observe un ΔE d'autant plus grand que le nombre de lavage augmente. La teinte tend toutefois à se stabiliser après le cinquième lavage.

Pour le colorant issu des écorces de Tali, la variation de couleur est nette dès le premier lavage avec des valeurs de ΔE largement supérieures à 1, indiquant à nouveau une faible fixation du colorant. Au cours des lavages, la couleur des échantillons teints en présence de sulfate d'aluminium ou d'alun ne varie pratiquement plus, contrairement à celle des échantillons teints avec le sulfate de fer qui continue d'évoluer avec toutefois un ΔE final plus faible. Les échantillons teints en présence de mordant montrent également une faible variation de ΔE en fonction du nombre de lavage.

On observe deux types de comportements des échantillons teints avec le colorant issu des écorces du Dabéma, les systèmes teints sans mordant ou avec le sulfate de fer montrent une évolution de leur couleur de façon significative après le premier lavage pour ensuite se stabiliser. La fixation du colorant est relativement de bonne qualité pour ces deux systèmes. En revanche, les systèmes à base de mordants d'aluminium présentent des variations de teintes beaucoup plus marquées, et ce tout au long des lavages.

Les variations de couleur des échantillons teints avec le colorant obtenu avec les écorces de l'iroko en présence de mordants sont très importantes après le premier lavage (ΔE aux environs de 5), mais restent en deçà de celle de l'échantillon teint sans mordant. Il ressort, au cours des lavages suivants, que l'usage des mordants permet d'avoir une décoloration modérée des échantillons toujours par rapport à l'échantillon sans mordant, mais met aussi en lumière la très faible fixation du colorant au substrat comparé aux autres colorants.

*Systèmes extraits à la soude

Les valeurs de ΔE en fonction du nombre de lavages des échantillons teints avec les solutions alcalines d'extraits d'écorces des quatre essences sont rapportées dans le tableau 23.

Tableau 23 : Effet des mordants sur la solidité de la teinture au cours des lavages pour les échantillons teints avec le colorant à base de soude des quatre essences

Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE	Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE
Azobé	Sans mordant	0	64,27	11,63	18,25		Tali	Sans mordant	0	47,49	9,59	15,15	
		1	79,77	5,48	10,86	18,24			1	57,93	8,42	14,02	10,57
		2	80,26	5,38	10,47	18,85			2	58,35	8,43	14,19	10,96
		3	81,26	4,98	9,85	20,09			3	58,3	8,49	14,35	10,90
		4	83,44	4,56	10,27	21,94			4	58,29	8,25	14,21	10,92
		5	83,54	4,49	10,55	21,95			5	58,19	8,11	14,25	10,84
	Sulfate de fer	0	54,21	1,9	10,27			Sulfate de fer	0	32,15	-0,15	3,42	
		1	63,1	4,62	15,51	10,67			1	34,26	1,77	6,27	4,03
		2	63,2	5,91	17,07	11,96			2	34,58	2,01	6,44	4,44
		3	66,16	6,33	17,13	14,47			3	36,92	2,88	7,35	6,88
		4	67,72	6,45	18,22	16,32			4	37,61	3,06	7,94	7,78
		5	69,41	7,01	18,42	17,99			5	39,61	3,41	8,7	9,81
	Alun	0	62,92	11,47	21,19			Alun	0	62,2	9	27,13	
		1	63,75	10,61	17,2	4,17			1	52,21	9,02	25,96	10,06
		2	65,11	10,06	16,59	5,29			2	52,82	8,99	18,43	12,79
		3	66,27	10,06	16,12	6,24			3	52,84	8,98	16,82	13,93
		4	67,47	10	16,13	6,96			4	53,72	8,47	15,51	14,39
		5	67,66	9,23	14,78	8,28			5	54,17	8,42	14,57	14,92
	Sulfate d'aluminium	0	64,75	10,23	18,47			Sulfate d'aluminium	0	46,64	8,13	23,27	
		1	66,65	8,5	15,03	4,29			1	46,63	8,51	19,7	3,59
		2	70,9	8,27	13,24	8,31			2	46,85	8,91	18,63	4,71
		3	71,63	8,19	12,58	9,28			3	46,95	8,86	17,87	5,46
		4	73,65	7,73	12,11	11,22			4	47,11	9,25	16,86	6,52
		5	73,64	7,66	11,58	11,54			5	47	9,53	15,86	7,55

Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE	Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE
Dabéma	Sans mordant	0	66,05	6,76	14,66		Iroko	Sans mordant	0	46,65	1,39	10,33	
		1	79,64	3,84	10,75	14,44			1	88,66	1,25	2,97	42,65
		2	80,93	3,47	10,14	15,90			2	89,47	1,09	1,61	43,70
		3	81,23	3,41	10,11	16,20			3	89,95	1	1,35	44,22
		4	82,88	3,38	9,98	17,79			4	89,96	0,95	1,28	44,25
		5	84,86	3,32	9,95	19,69			5	90,02	0,92	1,16	44,33
	Sulfate de fer	0	48,98	4,7	16,72			Sulfate de fer	0	52,4	9,62	27,19	
		1	55,17	7,18	19,73	7,32			1	56,55	12,89	30,88	6,44
		2	56,56	7,8	20,03	8,83			2	58,82	13,02	31,28	8,34
		3	56,56	7,58	20,12	8,79			3	61,49	13,28	31,38	10,66
		4	56,58	7,88	20,16	8,93			4	62,65	13,56	31,42	11,77
		5	56,64	7,91	20,18	9,00			5	63,59	13,59	32,48	13,00
	Alun	0	62,91	6,45	18,54			Alun	0	72,39	5,93	20,4	
		1	68,08	6,12	16,4	5,61			1	76,24	5,11	17,9	4,66
		2	69,54	5,65	15,11	7,51			2	78,48	4,55	15,56	7,90
		3	69,53	5,64	15,9	7,17			3	79,11	4,43	15,5	8,45
		4	69,51	5,62	15,78	7,20			4	80,56	4,38	15	9,92
		5	69,54	5,59	15,76	7,24			5	81,18	3,8	13,33	11,48
	Sulfate d'aluminium	0	59,17	6,35	17,81			Sulfate d'aluminium	0	69,96	6,32	21,93	
		1	63,44	6,59	16,53	4,46			1	74,17	5,75	18,22	5,64
		2	64,48	5,99	14,95	6,04			2	75,78	5,48	17,45	7,39
		3	64,5	5,57	14,93	6,11			3	77,27	4,93	15,44	9,87
		4	64,52	5,57	14,94	6,12			4	78,09	4,56	15,42	10,56
		5	64,54	5,56	14,88	6,17			5	78,29	4,53	15,27	10,81

Globalement, les écarts de couleurs mesurés avec les systèmes alcalins d'Azobé sont supérieurs à ceux mesurés avec les systèmes aqueux. Comme pour les systèmes en solution aqueuse précédemment, le premier lavage entraine des variations très importantes de la teinte des échantillons. Cela est particulièrement vrai pour les systèmes sans mordants (ΔE proche de 20) et avec le mordant sulfate de fer (ΔE >10). Au cours des lavages, la couleur continue d'évoluer quel que soit l'échantillon considéré, mais on peut dire que l'usage de mordants atténue la décoloration des échantillons.

La variation de couleur est sensible dès le premier lavage avec le colorant obtenu avec les écorces de Tali, quel que soit le système considéré. On observe que les variations ΔE sont plus importantes lorsque la teinture est réalisée sans mordants ou en présence d'alun, et moins élevées avec les mordants de sulfate de fer ou d'aluminium comparativement aux résultats précédents pour les systèmes aqueux.

Le ΔE tend ensuite à augmenter au cours des lavages lorsqu'un mordant est utilisé, contrairement à ce qui est observé en absence de mordants. Ce dernier système serait donc à privilégier.

La décoloration des échantillons teints avec le colorant de l'Iroko est beaucoup moins forte lorsqu'un mordant est utilisé dans le procédé de teinture, mais elle reste néanmoins perceptible avec des valeurs de ΔE supérieures à 10 à la fin des lavages. Ceci permet de dire que l'usage de mordants favorise la fixation du colorant.

4.4.4.5 Stabilité des teintures aux rayonnements UV

4.4.4.5.1 Cas des systèmes sans mordants

***Système extrait à l'eau**

Le vieillissement des échantillons de cotons teints vis-à-vis des rayons UV a été réalisé dans une enceinte de vieillissement accélérée de type QUV pour simuler l'effet du rayonnement solaire. Le tableau 24 regroupe les valeurs des paramètres L*, a* et b* pour les échantillons teints par les solutions aqueuses de colorant en absence de mordant.

Tableau 24 : Stabilité de la teinture aux rayonnements U.V pour des échantillons teints avec les colorants aqueux des quatre essences sans mordants

Nombre d'exposition	Essence	L*	a*	b*	ΔE
	Azobé				
Av exposition		59,54	8,57	14,83	/
1 jour		59,93	8,38	14,48	0,56
2 jours		59,94	8,00	14,35	0,91
3 jours		62,88	7,74	14,27	3,49
4 jours		63,40	7,66	14,23	4,01
5 jours		63,80	7,56	14,19	4,42
	Tali				
Av exposition		54,48	9,16	16,48	/
1 jour		50,53	10,53	17,16	4,24
2 jours		49,20	11,47	17,27	5,69
3 jours		49,33	11,57	17,38	5,99
4 jours		48,58	11,78	17,37	6,40
5 jours		48,52	11,81	17,84	6,42
	Dabéma				
Av exposition		70,38	2,72	14,08	/
1 jour		72,24	2,69	14,95	2,05
2 jours		73,23	2,35	14,30	2,88
3 jours		74,33	2,16	13,94	3,99
4 jours		75,15	1,97	13,51	4,86
5 jours		75,76	1,62	13,12	5,57
	Iroko				
Av exposition		72,29	2,52	11,81	/
1 jour		72,74	2,73	13,64	1,90
2 jours		74,04	2,61	13,19	2,23
3 jours		74,61	2,44	13,99	3,18
4 jours		75,21	2,33	13,58	3,42
5 jours		75,20	2,32	13,65	3,45

La variation de couleurs des échantillons teints avec le colorant aqueux d'Azobé reste faible lors des deux premiers jours d'exposition puis évolue davantage. Évolution liée à un changement de L* et dans une moindre mesure de a*, b* restant pratiquement constant.

La dernière valeur de ΔE est de l'ordre de 4,42, valeur très inférieure à celle obtenue après les différents lavages (de l'ordre de 10,2), tendant à démontrer une meilleure stabilité de la teinture aux rayonnements UV plutôt qu'au lavage. En effet, avec cette comparaison de résultats, les échantillons sont moins décolorés.

Les échantillons teints avec le colorant de Tali, après le premier jour d'exposition aux rayonnements UV, montrent que la variation de couleur est assez significative avec une valeur de ΔE de 4,24. Au cours des jours suivants d'exposition, les valeurs de la coordonnée chromatique b* n'évoluent pratiquement pas alors que celles de a* augmentent légèrement et L* diminuent sensiblement.

Les interactions colorant/substrats semblent satisfaisantes et les échantillons présentent une bonne solidité de la teinture à l'exposition aux UV.

La variation de couleur de l'échantillon teint avec le colorant du Dabéma, reste faible au cours de l'exposition aux rayonnements UV. Les coordonnées chromatiques ainsi que la luminance changent relativement peu au cours du test. On n'enregistre une décoloration progressive de l'échantillon, donc une interaction colorant/substrat acceptable.

Le colorant aqueux d'Iroko semble résister à l'exposition aux rayonnements UV. En effet, la coloration obtenue n'évolue que de façon modérée au cours du test et le ΔE se stabilise. A une valeur de l'ordre de 3,45, écart de couleurs bien inférieur à ce qui avait été obtenu lors du test de résistance de la teinture au lavage.

**Système extrait à la soude*

Le tableau 25 regroupe les valeurs des paramètres L*, a* et b* pour les échantillons teints par les solutions alcalines de colorant en absence de mordant.

Tableau 25 : Solidité de la teinture aux rayonnements U.V pour des échantillons teints avec les colorants alcalins des quatre essences

Nombre d'exposition	Essence	L*	a*	b*	ΔE
	Azobé				
Av exposition		62,46	10,05	17,84	/
1 jour		62,46	9,75	18,62	0,91
2 jours		62,09	9,27	18,60	0,90
3 jours		63,17	9,13	18,40	1,29
4 jours		67,17	6,96	18,20	5,63
5 jours		67,68	6,82	18,32	6,16
	Tali				
Av exposition		66 ,13	8,34	17,91	/
1 jour		67,79	7,85	18,78	1,94
2 jours		70,58	6,48	18,76	5,90
3 jours		74,24	4,45	15,99	9,04
4 jours		74,28	4,90	15,98	9,05
5 jours		74,42	4,92	15,62	9,26
	Dabéma				
Av exposition		58,78	8,5	21,4	/
1 jour		59,00	8,67	21,5	0,30
2 jours		61,42	8,86	21,11	2,68
3 jours		62,07	8,36	21,70	3,31
4 jours		64,28	8,24	21,44	5,51
5 jours		68,08	8,27	21,55	9,30
	Iroko				
Av exposition		56,52	7,27	18,33	/
1 jour		56,75	7,60	19,01	0,79
2 jours		58,95	7,50	19,04	2,54
3 jours		60,18	7,23	19,56	3,86
4 jours		60,56	7,23	19,58	4,23
5 jours		62,94	7,15	19,65	6,55

Nous obtenons un peu les mêmes effets avec le colorant alcalin d'Azobé, que ceux obtenus avec le colorant aqueux. Après trois jours d'exposition, les modifications de couleur s'accentuent du fait d'une variation de L* et a* principalement, b* restant environ stables au cours de l'essai. A la fin de l'essai, l'écart de couleurs du test est supérieur au précédent (6,16 contre 4,42) nous renseignant sur le fait que le colorant alcalin est moins stable aux rayonnements UV que le colorant aqueux.

Après un jour d'exposition, on enregistre une valeur de ΔE pratiquement de 2 de l'échantillon teint avec le colorant alcalin obtenu avec les écorces de Tali. Les valeurs importantes de ΔE déterminées dépendent des valeurs de L*, a* et b* qui varient énormément entre l'état initial et après deux jours d'exposition puis tendent à se stabiliser. Des ΔE avec des valeurs de 9 sont obtenues en fin d'expérience qui démontrent la très faible stabilité de la teinture ainsi réalisée aux rayonnements UV contrairement à ce que nous avions observé avec la teinture avec l'extrait aqueux de Tali.

On enregistre une évolution de la couleur de l'échantillon teint avec le colorant à base de solution de soude des écorces du Dabéma plus importante que celle observée avec le système aqueux, et ce sur la durée du test sauf en début d'exposition. Cet écart est principalement dû à une variation nette de la luminance L* (10 unités) entre l'état initial et l'état final. Il s'avère que la teinture réalisée avec le colorant alcalin du Dabéma résiste moins aux rayonnements UV que celle réalisée avec le colorant aqueux.

Le colorant alcalin des écorces de l'Iroko, semble moins résister que le colorant aqueux à l'exposition aux rayonnements UV. Si comme précédemment, les coordonnées a* et b* sont peu affectées au cours du test, c'est surtout la luminance qui augmente sensiblement et impacte les valeurs de ΔE. L'échantillon se décolore nettement et le phénomène ne semble pas se stabiliser au bout de 5 jours.

4.4.4.5.2 Cas des systèmes avec mordants

***Systèmes extraits à l'eau**

Le tableau 26 présente les variations de couleur des échantillons teints par le colorant aqueux en présence ou absence de mordants au cours des expositions aux rayonnements U.V

Tableau 26 : Effet des mordants sur la stabilité de la teinture au cours des expositions aux rayonnements U.V avec le colorant aqueux des quatre essences

Essence	Echantillon	Nombre d'exposition	L*	a*	b*	ΔE	Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE
Azobé	Sans mordant	0	59,54	8,57	14,83		Tali	Sans mordant	0	54,48	9,16	16,48	
		1	59,93	8,38	14,48	0,56			1	50,53	10,53	17,16	4,24
		2	59,94	8	14,25	0,91			2	49,2	11,87	17,27	5,99
		3	62,88	7,74	14,27	3,49			3	49,33	11,41	17,38	5,69
		4	63,4	7,66	14,23	4,01			4	48,58	11,47	17,37	6,40
		5	63,8	7,56	14,19	4,42			5	48,52	11,11	17,84	6,42
	Sulfate de fer	0	33,52	0,158	-0,35			Sulfate de fer	0	22,19	-0,13	1,38	
		1	33,81	0,91	2,34	2,81			1	22,83	0,3	2,11	1,06
		2	33,81	1,73	5,17	5,75			2	23,26	0,59	2,76	1,89
		3	35,35	2,78	7,75	8,71			3	24,65	0,97	3,51	3,43
		4	35,4	2,75	7,62	8,59			4	24,89	0,95	3,52	3,61
		5	36,06	2,87	7,97	9,11			5	25,37	0,98	3,6	4,03
	Alun	0	61,51	9,4	16,61			Alun	0	65,33	7,12	25,32	
		1	59,88	11,33	16,82	2,53			1	58,9	12,95	25,35	8,68
		2	61,2	11,44	17,32	2,18			2	55,35	15,38	25,3	12,95
		3	63,14	11,45	17,83	2,89			3	54,16	15,77	22,14	14,48
		4	63,35	11,43	17,8	2,99			4	54,22	15,98	22,19	14,55
		5	63,57	11,46	17,85	3,31			5	54,1	15,62	21,65	14,55
	Sulfate d'aluminium	0	63,17	8,65	16,79			Sulfate d'aluminium	0	62,93	7,75	25,6	
		1	63,44	10,65	16,75	2,02			1	55,19	12,39	24,94	9,05
		2	63,48	10,84	16,71	2,21			2	50,95	14,39	22,51	14,04
		3	63,54	10,94	16,68	2,32			3	50,12	14,36	20,23	15,38
		4	64,36	10,96	16,71	2,60			4	50,25	14,27	20,12	15,27
		5	64,79	10,99	16,69	2,85			5	50,1	14,16	19,71	15,50

Essence	Echantillon	Nombre d'exposition	L*	a*	b*	ΔE	Essence	Echantillon	Nombre de Lavage	L*	a*	b*	ΔE
Dabéma	Sans mordant	0	70,38	2,72	14,08		Iroko	Sans mordant	0	72,29	2,52	11,81	
		1	72,24	2,69	14,95	2,05			1	72,74	2,73	13,64	1,90
		2	73,23	2,35	14,3	2,88			2	74,04	2,61	13,19	2,23
		3	74,33	2,16	13,94	3,99			3	74,61	2,44	13,99	3,18
		4	75,15	1,97	13,51	4,86			4	75,21	2,33	13,58	3,42
		5	75,76	1,62	13,12	5,57			5	75,2	2,32	13,65	3,45
	Sulfate de fer	0	52,27	8,7	26,11			Sulfate de fer	0	43,76	4,36	17,14	
		1	51,13	8,7	26,09	1,14			1	41,16	4,37	15,99	2,84
		2	50,7	7,97	25,33	1,90			2	39,24	4,67	15,38	4,86
		3	49,6	7,9	23,4	3,89			3	38,59	4,7	15,15	5,55
		4	48,09	7,88	22,44	5,62			4	38,11	4,76	14,98	6,06
		5	47,97	7,65	22,16	5,93			5	38,13	4,82	14,88	6,08
	Alun	0	64,96	4,94	20,07			Alun	0	75,03	2,23	17,57	
		1	66,5	4,73	17,74	2,80			1	73,5	3,17	17,94	1,83
		2	69,09	4,15	16,53	5,50			2	74,4	3,09	17,6	1,07
		3	69,12	4,05	16,43	5,60			3	75,01	3,04	16,64	1,23
		4	69,36	3,95	16,25	5,91			4	75,33	3,02	16,57	1,31
		5	70,13	3,9	16,12	6,59			5	75,51	2,95	16,25	1,58
	Sulfate d'aluminium	0	60,25	5,52	19,66			Sulfate d'aluminium	0	75,47	1,65	16,68	
		1	61,37	5,42	18,2	1,84			1	73,07	2,79	18,01	2,97
		2	63,1	5,22	17,83	3,40			2	73,65	2,88	17,49	2,34
		3	63,23	5,13	17,54	3,68			3	73,85	2,97	17,26	2,17
		4	63,99	4,98	17,29	4,46			4	74,07	3,02	17,26	2,04
		5	64,05	4,76	16,86	4,78			5	74,56	3	17,09	2,04

L'observation de l'effet des mordants avec le colorant d'Azobé montre que les systèmes sans mordants et avec le sulfate de fer voient leur couleur évoluer très significativement entre le début d'exposition et le 3ème jour pour ensuite commencer à se stabiliser à des valeurs de ΔE de 4,4 et 9,1 respectivement. Avec les mordants à base d'aluminium, le ΔE de l'ordre de 2, obtenu après le 1er jour d'exposition, reste quasiment le même par la suite de l'exposition. Les mordants, sulfate d'aluminium, et alun sont à privilégier.

Pour les échantillons teints avec le colorant de Tali, on observe deux types de comportement d'évolution des couleurs au cours des expositions aux rayonnements U.V. Les systèmes teints en présence de sulfate d'aluminium et alun ont des valeurs de ΔE qui varient jusqu'au troisième jour d'exposition et qui se stabilisent par la suite à environ 15.

Les systèmes sans mordant et avec du sulfate de fer, conduisent à des valeurs de ΔE en fin d'exposition nettement moins importantes (6,4 et 4 respectivement). Le sulfate de fer est à privilégier.

Avec le colorant du Dabéma, il ressort que l'évolution des couleurs des différents systèmes et les écarts de couleur après cinq jours d'exposition sont relativement faibles et pratiquement du même ordre, soit compris dans une gamme de 4,8-6,6, le sulfate d'aluminium permettant d'avoir un effet réduit de l'évolution de couleur. On peut dire avec ce colorant, que les mordants permettent une bonne interaction colorant/substrat.

Enfin, avec le colorant de l'Iroko, la teinture obtenue à partir du sulfate de fer est la moins résistante des quatre systèmes testés. La couleur de l'échantillon continue d'évoluer après cinq jours d'exposition, et la valeur de ΔE est bien supérieure à ce qui est obtenu pour les trois autres systèmes. Le comportement de l'échantillon teint en absence de mordant suit celui de l'échantillon précédent teint en présence de sulfate de fer, mais les ΔE restent environ deux fois moins élevées. Les teintures en présence de mordants à base d'aluminium semblent à privilégier compte tenu des faibles valeurs de ΔE enregistrées. Mais dans l'ensemble, on peut dire que l'usage de mordants favorise une bonne interaction colorant/substrat.

**Systèmes extraits à la soude*

Le tableau 27 présente les variations de couleur des échantillons teints par le colorant alcalin en présence ou absence de mordants lors d'une exposition aux rayonnements UV.

Tableau 27 : Effet des mordants sur la stabilité de la teinture au cours des expositions aux rayonnements U.V avec les colorants alcalins des quatre essences

Essence	Echantillon	Nombre d'exposition	L*	a*	b*	ΔE	Essence	Echantillon	Nombre d'exposition	L*	a*	b*	ΔE
Azobé	Sans mordant	0	62,46	10,05	17,84		Tali	Sans mordant	0	66,13	8,34	17,91	
		1	62,09	9,75	18,62	0,91			1	67,79	7,85	18,78	1,94
		2	62,46	9,27	18,29	0,90			2	70,58	6,48	18,76	5,90
		3	63,17	9,13	18,4	1,29			3	74,24	4,85	15,99	9,04
		4	67,11	6,96	18,6	5,63			4	74,28	4,9	15,98	9,05
		5	67,68	6,82	18,3	6,16			5	74,42	4,92	15,62	9,26
	Sulfate de fer	0	51,36	1,73	9,63			Sulfate de fer	0	45,19	3,84	10,9	
		1	50,12	2,25	10,44	1,57			1	45,18	3,83	11,79	0,89
		2	49,82	2,84	10,64	2,15			2	45,45	3,86	12,5	3,32
		3	48,52	3,39	12,38	4,29			3	45,49	3,98	13,55	3,96
		4	48,16	3,41	12,48	4,60			4	45,55	4,04	13,67	4,14
		5	48	3,46	12,43	4,70			5	45,87	4,01	13,67	4,22
	Alun	0	61,84	9,6	19,85			Alun	0	56,02	7,78	21,79	
		1	43,2	11,31	19,67	18,72			1	61,99	8,61	21,53	6,03
		2	55	11,28	19,23	7,07			2	63,41	8,31	20,92	7,46
		3	59,8	11,05	18,7	2,75			3	67,2	8,16	19,19	11,48
		4	60,8	11,2	18,01	2,65			4	67,2	8,11	19,26	11,47
		5	62,4	11,26	17,84	2,67			5	67,41	7,99	19,13	11,70
	Sulfate d'aluminium	0	62,85	8,55	18,21			Sulfate d'aluminium	0	58,14	8,74	20,95	
		1	59,65	9,66	16,96	3,61			1	58,21	9,13	20,58	0,54
		2	59,16	9,6	16,59	4,16			2	58,82	8,75	20,22	1,00
		3	59,06	9,64	16,36	4,36			3	63,59	7,19	18,47	6,19
		4	59	9,74	15,72	4,74			4	63,64	6,89	18,26	6,40
		5	59,18	9,79	15,54	4,70			5	64,92	6,83	18,33	7,52

Dabéma	Sans mordant	0	58,78	8,5	21,4		Iroko	Sans mordant	Aucun lavage	56,52	7,27	18,33	
		1	59	8,67	21,5	0,30			1 lavage	56,75	7,6	19,01	0,79
		2	61,42	8,86	21,11	2,68			2 lavages	58,95	7,5	19,04	2,54
		3	62,07	8,36	21,7	3,31			3 lavages	60,18	7,23	19,56	3,86
		4	64,28	8,24	21,44	5,51			4 lavages	60,56	7,23	19,58	4,23
		5	68,08	8,27	21,55	9,30			5 lavages	62,94	7,15	19,64	6,55
	Sulfate de fer	0	48,35	5,53	18,93			Sulfate de fer	Aucun lavage	43,76	4,36	17,14	
		1	45,98	5,17	17,23	2,94			1 lavage	43,55	3,81	15,87	1,40
		2	45,6	5,38	17,21	3,25			2 lavages	42,72	3,79	15,57	1,97
		3	44,97	5,42	17,27	3,77			3 lavages	42,94	4,1	15,83	1,57
		4	44,97	5,48	17,29	3,76			4 lavages	42,65	4,28	15,89	1,67
		5	45,07	5,47	17,17	3,72			5 lavages	42,16	4,4	15,79	2,09
	Alun	0	60,57	5,85	18,32			Alun	Aucun lavage	54,35	5,03	18,54	
		1	60,16	5,91	19,13	0,91			1 lavage	49,95	5,55	18,79	4,44
		2	63,25	5,17	16,88	3,12			2 lavages	50,64	5,6	18,29	3,76
		3	64,3	4,69	16,33	4,38			3 lavages	51,87	5,46	17,81	2,62
		4	65,05	4,78	17,66	4,65			4 lavages	52,68	5,35	17,58	1,95
		5	65,64	4,6	17,48	5,29			5 lavages	53,54	5,24	17,37	1,44
	Sulfate d’aluminium	0	50,8	5,63	17,39			Sulfate d’aluminium	Aucun lavage	54,88	4,9	19,92	
		1	51,61	5,88	18,22	1,19			1 lavage	50,87	5,21	19,43	4,05
		2	51,78	5,66	18,36	1,38			2 lavages	50,8	5,42	18,99	4,22
		3	52,33	5,26	17,36	1,57			3 lavages	52,8	5,4	18,54	2,55
		4	52,97	4,99	16,99	2,30			4 lavages	53,22	5,25	18,28	2,36
		5	53,75	4,8	16,7	3,14			5 lavages	53,2	5,32	18,03	2,56

Comme précédemment, les systèmes sans mordant et avec le mordant sulfate de fer teint avec le colorant obtenu, les écorces de l'Azobé présentent de fortes variations de couleurs au cours de l'exposition (ΔE de ±1 à ±5). L'effet de la dégradation de la couleur en présence du mordant sulfate de fer est minimisé en milieu alcalin par rapport au milieu aqueux. La variation de couleur de l'échantillon teint avec le mordant sulfate d'aluminium après un jour d'exposition est plus marquée qu'en milieu aqueux mais n'évolue plus par la suite. En revanche, l'échantillon teint en présence d'alun présente un comportement particulier pour lequel nous ne sommes pas parvenus à trouver à ce jour une explication plausible avec une variation de ΔE d'environ 18 dès le début de l'exposition, écart de couleur qui par la suite de l'exposition décroît de façon sévère pour atteindre un plateau pour une valeur très faible de ΔE de l'ordre de 2-3.

La couleur des échantillons teints avec le colorant de Tali en présence de mordants alun et sulfate d'aluminium tend à évoluer au cours de l'exposition pour conduire à des valeurs de ΔE comprises entre 7,5 et 11,7 au bout de cinq jours.

En revanche, la couleur évolue beaucoup moins lorsque du sulfate de fer a été utilisé avec un ΔE de seulement 4,2 en fin de test. Les systèmes teints à l'aide de ces mordants sont à privilégier.

Les résultats obtenus pour les différents systèmes teints avec le colorant alcalin de Dabéma montrent une évolution de l'écart de couleur. Alors que la couleur du système teint en absence de mordant continue d'évoluer de façon nette après cinq jours d'exposition, celle des systèmes à base de mordants aluminium tend à se stabiliser difficilement. Par opposition, en présence de sulfate de fer, on note une stabilité de la couleur à partir du deuxième jour d'exposition.

Les valeurs finales des écarts de couleurs en présence des différents mordants sont inférieures à celle obtenue en l'absence de mordant. Ceci montre que les mordants favoriseraient une meilleure interaction du colorant avec le substrat.

L'analyse qui ressort des tests d'exposition des échantillons teints avec le colorant de l'Iroko, montre une quasi stabilité de la couleur de l'échantillon teint avec le sulfate de fer avec très peu de variations de ΔE. En revanche, les systèmes teints avec l'alun et le sulfate d'aluminium présentent une variation de couleur sensible après un jour d'exposition, mais cet écart tend à diminuer par la suite pour atteindre des valeurs inférieures à celles de départ qui veut dire un assombrissement des échantillons. Ceci permet de dire que l'usage de mordant favorise une bonne interaction colorant/substrat.

CHAPITRE 5

Evaluation de la propriété gélifiante de la chlorophorine de l'extrait d'Iroko (Milicia excelsa)

5 Evaluation de la propriété gélifiante de la chlorophorine de l'extrait d'Iroko (*Milicia excelsa*)

La chlorophorine est une molécule identifiée dans les extraits de bois de l'iroko, et qui a fait l'objet de multiples travaux. Ces différents travaux ont permis de mettre en évidence des propriétés intéressantes pouvant envisager une possible valorisation de cette dernière. En effet, la chlorophorine a une propriété inhibitrice de tyrosinase (Shimizu, Yasutake, et Kondo 2003a), mais aussi de bonnes propriétés antioxydantes et antifongiques (Huang et al., 2009, Onuorah 2000). Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à la propriété gélifiante de la chlorophorine, car cette propriété n'a pas encore fait l'objet d'études dans la littérature, mais aussi du fait que la majorité des études sur les gels sont faites à partir de molécules synthétisées en laboratoire avec très peu de molécules de faible poids moléculaire d'origine naturelle. Sachant que les gels sont des matériaux facilement reconnaissables tout en étant très complexes de par leur structure. Ils sont présents dans de multiples domaines de notre vie quotidienne sous la forme de produits commerciaux tels que le domaine de l'hygiène et de la beauté (gels douche, shampoings, dentifrice, soin pour les cheveux…) le domaine médical ou paramédical (implants, lentilles de contact…) le domaine agroalimentaire (gelée, …), et dans bien d'autres encore (Firmin, 2012). De récents travaux sont effectués sur des organogels afin de trouver des solutions douces pour des appareils optiques sans rayures, ou la récupération de produits pétroliers pour réduire la pollution en cas de naufrage d'un navire pétrolier (Kamalakannan Soundarajan et Thangamuthu Mohan Das ; Annamalai Prathap et Kana M. Sureshan ;Chintam Narayana et al., 2019). L'objectif de cette partie de notre travail a été de travailler sur les gels obtenus à partir de molécules extraites de bois avec de possibles valorisations de ces biomolécules, pour avoir une valeur ajoutée mais aussi un impact écologique qui avoisine le zéro carbone.

5.1 Matériels et Méthodes

Tube de gélification, décapeur thermique, benzène, toluène, para-xylène, alpha-chlorobenzène, tétraline, bromobenzène, aniline, eau, DMSO, acétone, chloroforme, tétrachlorure de carbone, dichlorométhane, éthanol, méthanol, cyclohexane, glycérol, acétate d'éthyle, éther diéthyle, cyclohexane, hexane, heptane, pentane, limonène, alpha-terpinène, alpha-pinène, essence de thérébenthine, bain thermo chauffant.

5.1.1 Test de gélification

Pour réaliser les tests de gélification de la chlorophorine, nous avons procédé par la méthode décrite par Firmin Obounou, dans sa thèse soutenue en 2012. Dans des tubes test de gélification, sont introduits 5 mg de chlorophorine. Puis sur une balance de précision, les solvants sont ajoutés dans les tubes jusqu'à 1 g. Les tubes sont par la suite fermés et chauffés avec un décapeur thermique à 80º C et plus, afin de solubiliser l'extrait dans les solvants. L'ensemble est mis au repos à température ambiante du laboratoire jusqu'à la formation des gels.

5.1.2 Température de dégélification

Pour déterminer la température de dégélification ou température de fusion, on a chauffé progressivement les gels obtenus dans les tubes à différentes concentrations à l'aide d'un bain marie préparer au préalable. La température du bain est augmentée de 2° C toutes les 30 minutes, jusqu'à l'apparition de la destruction du réseau formé par le gélifiant sur la paroi interne du tube, et la température correspondante est relevée.

5.2 Résultats et Discussions

5.2.1 Tests de gélification

La propriété de gélification a été étudiée dans différents solvants. Ils sont énumérés dans le Tableau 28.

Tableau 28 : Résultats des tests de gélification de 5 mg d'extrait avec des solvants organiques et l'eau après chauffage à 80°C et refroidissement

Solvants	Gel opaque	Gel partiel	Précipité	Soluble
Benzène	**+++**			
Toluène	**+++**			
Para-xylene	**+++**			
α-chlorobenzène	**+++**			
Trétralin	**+++**			
Bromobenzène	**+++**			
Aniline	**-**			
Eau			**+++**	
DMSO/Eau (5/1)				**+++**
DMSO/Eau (1/5)			**+++**	
Acétone				**+++**
Chloroforme		**+++**		
Tétrachlorure de carbone		**+++**		
Dichlorométhane		**+++**		
Méthanol				
Ethanol				**+++**
Cyclohexanol				**+++**
Glycérol				**+++**
Acétate d'éthyle			**+++**	
Ether Diéthyle				**+++**
Cyclohexane			**+++**	
Hexane			**+++**	
Heptane			**+++**	

Pentane			**+++**	
Limonene	**+++**			
α-terpinène				**+++**
α-pinene		**+++**		
Essence Térébenthine			**+++**	

De ces tests de gélifications, il en résulte que les différents solvants ne permettent pas d'obtenir des gels. En effet, la formation de gels se fait avec les solvant aromatiques (benzène, toluène, para-xylène, α-chlorobenzène, tétralin et bromobenzène) et la Limonène un solvant vert, puis des gels partiels avec les solvants chlorés (chloroforme, tétrachlorure de carbone, dichlorométhane) et l'α-pinène. On constate que l'extrait forme des précipités dans les solvants aliphatiques (cyclohexane, hexane et heptane) mais aussi dans de l'acétate d'éthyl, du DMSO/Eau (1/5), de l'essence de térébenthine et l'eau. En revanche, l'extrait reste soluble dans le DMSO/Eau (5/1), l'acétone, le cyclohexane, l'α-terpinène et les alcools (éthanol, cyclohexanol et glycérol). Ces résultats sont comparables avec ceux obtenus dans les travaux faits sur la gélification de composés terpéniques (Bag et Majumdar 2017) et la gélification d'un gélifiant avec plusieurs solvants (Soundarajan et Mohan Das 2019). On peut dire que les solvants ayant des structures aromatiques sont les plus favorables à l'obtention de gels.

5.2.2 Température de dégélification

Afin de décrire la stabilité thermique des gels, nous avons mesuré la température de fusion des gels ou température de dégélification, ou température de transition entre l'état gel et l'état solution à différentes concentrations des gels obtenus avec le toluène et le limonène, car le toluène est le solvant le plus accessible en laboratoire, et le limonène étant un solvant vert pour la valorisation éventuelle. Les résultats sont regroupés dans le tableau 29 et la figure 54.

Tableau 29 : Test de concentration minimum de gélification

Solvants	**0,5%**	**1%**	**2%**	**3%**	**4%**	**5%**
Toluène	+++	+++	+++	+++	+++	+++
Limonène			+++	+++	+++	+++

Le tableau nous renseigne sur le fait qu'en fonction du solvant utilisé, les minimums de concentrations de gélification sont différents. Un minimum de 0,5 % avec le Toluène et de 2 % avec le Limonène. Le toluène est le solvant qui permet d'obtenir une concentration minimum de gélification importante. La concentration minimum avec le limonène est acceptable car la valorisation de gels est possible à partir de 5 %.

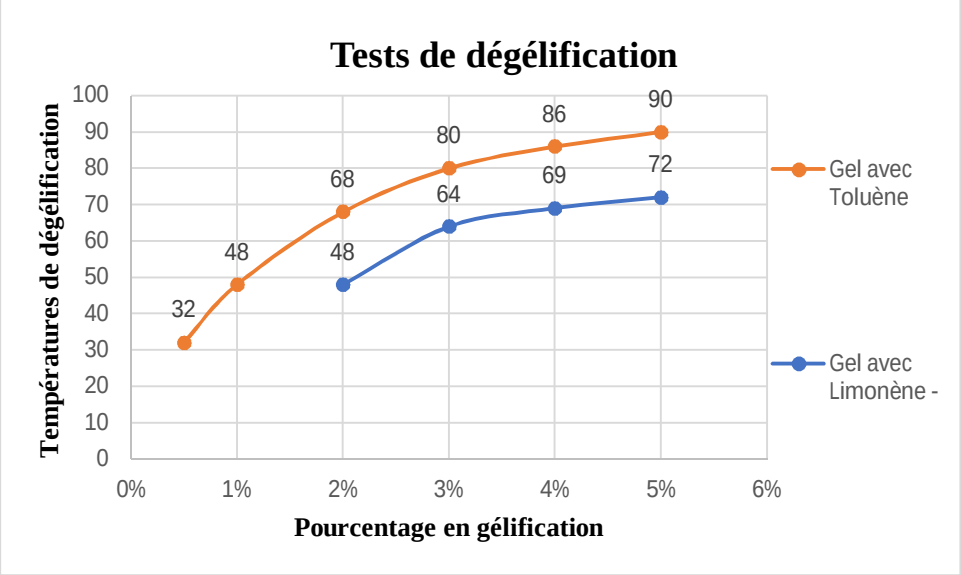


Figure 69 : Effet de la concentration de la chlorophorine sur la stabilité thermique des gels

On observe une relation entre la concentration du gélifiant et la température de fusion des gels. L'augmentation de la concentration du gélifiant entraine une augmentation de la température de fusion et donc d'augmenter la stabilité thermique des gels. La stabilité thermique, liée à la concentration, peut être due à un fort auto-assemblage entre les molécules via des interactions non covalentes de type liaisons hydrogène, interactions d'empilement, etc. Cela signifie que l'augmentation de la température de dégélification du gel est liée à la croissance des agrégats. Il sera intéressant de poursuivre ces travaux, en observant les formations qui s'effectuent durant la formation des gels au microscope électronique à balayage et autres pour confirmer ou infirmer l'hypothèse.

CONCLUSION

CONCLUSION

Au terme de ce travail, nous pouvons retenir que les extraits des quatre bois tropicaux récoltés au Gabon ont été analysés mais aussi que la possibilité de valorisation des extraits obtenus de ces bois dans les domaines des antioxydants, des antifongiques, antibactériens ou comme colorants naturels pour des textiles a été explorée. Les résultats ont montré que les taux d'extraits variaient d'une essence à une autre mais aussi selon le type de solvant et la méthode d'extraction utilisée. Les analyses de caractérisation à la GC-MS, ont permis l'identification des composés stérols, de molécules de sucres, de molécules d'acides et des terpènes (Iroko et Dabéma).

Le dosage de la quantité en composés phénoliques a révélé des teneurs plus ou moins importantes. De ces résultats, il ressort que les extraits obtenus par extraction à l'éthanol, éthanol/eau, acétone et toluène/éthanol sont ceux qui renferment le plus de composés phénoliques. Les extraits au dichlorométhane et à l'eau sont ceux qui en ont le moins. L'évaluation de la propriété antifongique des extraits a montré, quel que soit la partie du bois que l'extrait a une efficacité en fonction de la concentration. Les extraits à l'éthanol sont fongicides à 500 ppm avec l'extrait d'écorce de l'Azobé sur les deux champignons, mais aussi l'extrait d'aubier et du duramen. A noter aussi une efficacité des extraits éthanol/eau et du duramen à la même concentration sur la pourriture brune. Concernant les extraits de Tali, seul l'extrait éthanolique de l'écorce a montré une efficacité fongicide sur la pourriture brune, et le reste des extraits est fongistatique. Les extraits d'écorces de Dabéma, sont fongicides à 500 ppm sur la pourriture blanche et à toutes les concentrations avec la pourriture brune. Pour l'Iroko, seul l'extrait d'écorce à 500 ppm est fongicide sur la pourriture brune et le reste est fongistatique. L'évaluation de l'activité antioxydante des extraits par le DPPH a montré que les extraits éthanoliques, acétoniques, ceux du mélange éthanol/eau et eau/éthanol, sont les extraits qui présentent de bonnes propriétés antioxydantes.

L'évaluation des propriétés antibactériennes a montré que les extraits étaient bactériostatiques avec les extraits éthanol/eau et bactéricides avec les extraits éthanoliques, et que l'augmentation de la concentration de l'extrait augmentait l'inhibition de la bactérie. Les extraits à l'eau ont été moins efficaces. Le solvant d'extraction des composés inhibant la croissance bactérienne étant

l'éthanol et eau/éthanol, ces extraits présentent un réel potentiel pour leurs utilisations en tant qu'agents inhibiteurs de la croissance bactérienne.

L'utilisation des extraits aqueux et alcalins d'Azobé, Tali, Dabéma et d'Iroko comme source de colorants naturels pour teindre du coton a été envisagée. La coloration jaune a été obtenue avec les extraits de Dabéma et Iroko et rouge avec les extraits d'Azobé et Tali.

L'expérience a montré que la teinte avec les extraits aqueux est meilleure que celle obtenue avec les extraits alcalins. L'utilisation de mordants a permis de mieux fixer le colorant sur la fibre et de faire une nuance de couleurs. Les colorants obtenus à partir des écorces de ces essences représentent une alternative pour remplacer les colorants synthétiques généralement utilisés en industrie du textile.

PERSPECTIVES

Il serait intéressant pour la suite de ces travaux :

- d'amplifier les techniques de caractérisation et d'isoler les composés responsables de l'activité des extraits et de tester leurs propriétés antifongiques, antioxydantes et de colorants naturels,

- d'évaluer les propriétés termiticides des extraits,

- de valoriser les extraits jugés actifs (antioxydants, antifongiques et colorants naturels) par des collaborations avec des initiatives locales,

- d'évaluer les propriétés des extraits pour des applications dans le domaine pharmaceutique, cosmétiques etc.,

- d'étendre les études sur d'autres bois des industries de première transformation du Gabon.

REFERENCES

Abdelgaleil, Samir AM, Fumio Hashinaga, et Munehiro Nakatani. 2005. « Antifungal Activity of Limonoids From Khaya *Ivorensis* ». *Pest Management Science* 61 (2): 186-90. https://doi.org/10.1002/ps.978.

Abderamane, Bintou, Anastasie E. Tih, Raphael T. Ghogomu, Alain Blond, et Bernard Bodo. 2014. « Isoflavonoid Derivatives from *Lophira alata* Stem Heartwood ». *Zeitschrift für Naturforschung C* 66 (3-4): 87–92. https://doi.org/10.1515/znc-2011-3-401.

Adeoye, Adebowale O., et Roger D. Waigh. 1983. « Secoiridoid and triterpenic acids from the stems of *Nauclea diderrichii* ». *Phytochemistry* 22 (4): 975-78. https://doi.org/10.1016/0031-9422(83)85034-1.

Adesida, G.A., et D.A.H. Taylor. 1972. « Isolation of obacunol from Lovoa trichiliodes ». *Phytochemistry* 11 (8): 2641-42. https://doi.org/10.1016/s0031-9422(00)88574-x.

Aldulaimi, Omar, Fidelia I. Uche, Hamza Hameed, Haddijatou Mbye, Imran Ullah, Falko Drijfhout, Timothy D. W. Claridge, Paul Horrocks, et Wen-Wu Li. 2017. « A characterization of the antimalarial activity of the bark of *Cylicodiscus gabunensis* Harms ». *Journal of Ethnopharmacology* 198 (février): 221-25. https://doi.org/10.1016/j.jep.2017.01.014.

Ali S., Hussain T., Nawaz R., 2009. Optimization of alkaline extraction of natural dye from *Henna leaves* and its dyeing on cotton by exhaust method. Journal of Cleaner Production, 17: 61-66.

Annamalai P, Kana M. S. 2019. Sugar-Based Organogelators for Various Applications. Langmuir. 35, 6005−6014

Armah, Francis A., Kofi Annan, Abraham Y. Mensah, Isaac K. Amponsah, Derek A. Tocher, et Solomon Habtemariam. 2015. « Erythroivorensin: A Novel Anti-Inflammatory Diterpene from the Root-Bark of *Erythrophleum Ivorense* (A Chev.) ». *Fitoterapia* 105 (septembre): 37-42. https://doi.org/10.1016/j.fitote.2015.06.001.

Bassin du Congo : la transformation du bois face à de lourds défis ». 2013. *JeuneAfrique.com* (blog). 23 octobre 2013.

Bag, Braja Gopal, et Rakhi Majumdar. 2017. « Self-Assembly of Renewable Nano-Sized Triterpenoids ». *The Chemical Record* 17 (9): 841-73. https://doi.org/10.1002/tcr.201600123.

Bhat Tej K.,Singh Bhupinder., Sharma O. P (1998). Microbial degradation of tannins - a current perspective. Biodegradation 9 (5), 343-357.

Bikoro Bi Athomo, A., S.P. Engozogho Anris, R. Safou-Tchiama, F.J. Santiago-Medina, T. Cabaret, A. Pizzi, et B. Charrier. 2018. « Chemical Composition of African Mahogany (K. Ivorensis A. Chev) Extractive and Tannin Structures of the Bark by MALDI-TOF ». *Industrial Crops and Products* 113 (mars): 167-78. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.01.013.

Bois locaux - Durabilité des bois - Le bois local en Bretagne - Usages, caractéristiques, prescription. Consulté le 17 octobre 2019. http://boislocalbretagne.bzh/les-bois-locaux/durabilite-des-bois.

Bongui, Jean-Bernard, Axelle Blanckaert, Abdelhakim Elomri, et Elisabeth Seguin. 2005. « Constituents of *Zanthoxylum Heitzii* (Rutaceae) ». *Biochemical Systematics and Ecology* 33 (8): 845-47. https://doi.org/10.1016/j.bse.2004.12.019.

Brand-Williams W., Cuvelier M.E., Berset C., 1995. Use of free radical method to evaluate antioxidant activity. Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie, 28: 25-30.

Champignons lignivores - E.P.H. Consulté le 7 janvier 2020. http://www.expertise-pathologies-habitation.fr/champignons-lignivores.

Chenda, Laurice Bracine Njanang, Simeon Fogue Kouam, Marc Lamshöft, Souvik Kusari, Ferdinand Mouafo Talontsi, Bonaventure Tchaleu Ngadjui, et Michael Spiteller. 2014. « Isolation and Characterization of Six Labdane Diterpenes and One Pregnane Steroid of *Turraeanthus Africanus* ». *Phytochemistry* 103 (juillet): 137-44. https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2014.03.022.

Chimie du bois : une filière d'avenir (Partie 1/2) | valbiomag.labiomasseenwallonie.be. https://valbiomag.labiomasseenwallonie.be/news/chimie-du-bois-une-filiere-davenir-partie-12.

Chintam N, Priti K, Ghanshyam T et Ram S. 2019. Triazole Linked N-Acetylglucosamine Based Gelators for Crude Oil Separation and Dye Removal. Langmuir. 35, 16803−16812.

Christensen, Lars P., Jørgen Lam, et Torben Sigsgaard. 1988. « A Novel Stilbene from the Wood of *Chlorophora Excelsa* ». *Phytochemistry* 27 (9): 3014-16. https://doi.org/10.1016/0031-9422(88)80718-0.

Cristobal N. A., Mario C., Raul R., Gutierrez-Sanchez., Ascencion R. C., Augur C. (2004). Catechin degradation by several fungal strains isolated from Mexican desert. Journal of Microbiology and Biotechnology. 14(2), 426-429.

Dade, Joël M.E., Landry A. Kablan, Timothée A. Okpekon, Martial Say, Kicho D. Yapo, Gustav Komlaga, Jean B. Boti, et al. 2015. « Cassane Diterpenoids from Stem Bark of *Erythrophleum Suaveolens [*(Guill. et Perr.), Brenan] ». *Phytochemistry Letters* 12 (juin): 224-31. https://doi.org/10.1016/j.phytol.2015.04.002.

Das M., Das K.D., 2010. Resveratrol and cardiovascular health. Molecular Aspects of Medicine, 31: 503-512.

Dawé, Amadou, Marius Mbiantcha, Yannick Fongang, William Yosseu Nana, Fawai Yakai, Gilbert Ateufack, Muhammad Ali Shaiq, Iqbal Lubna, Mehreen Lateef, et Bonaventure Tchaleu Ngadjui. 2017. « Piptadenin, a Novel 3,4-Secooleanane Triterpene and Piptadenamide, a New Ceramide from the Stem Bark of *Piptadeniastrum Africanum* (HOOK .f.) BRENAN ». *Chemistry & Biodiversity* 14 (2): e1600215. https://doi.org/10.1002/cbdv.201600215.

Di Giorgio, Carole, Marow Lamidi, Florence Delmas, Guy Balansard, et Evelyne Ollivier. 2006. « Antileishmanial Activity of Quinovic Acid Glycosides and Cadambine Acid Isolated from *Nauclea Diderrichii* ». *Planta Medica* 72 (15): 1396-1402. https://doi.org/10.1055/s-2006-951726.

Dumschott, K., Dechorgnat, J., & Merchant, A. (2019). Water deficit elicits a transcriptional response of genes governing d-pinitol biosynthesis in Soybean (Glycine max). *International journal of molecular sciences*, *20*(10), 2411

Firmin Obounou Akong. 2012. Composés amphiphiles originaux à propriétés gélifiantes : synthèse et caractérisations physico-chimiques. Application à la formulation de produits de préservation du bois hydrosolubles. Thèse de doctorat encadré par Christine Gerardin. Lermab, Université de Lorraine. 2012.

Gestion et valorisation des déchets et produits connexes de la filière bois - Articles sur l'innovation technologique - icriq.com - icriq.com. Consulté le 6 mars 2018. http://www.icriq.com/fr/productique_tfp.html/-/asset_publisher/n2sB/content/gestion-et-valorisation-des-dechets-et-produits-connexes-de-la-filiere-bois/maximized.

Happi, Emmanuel N., et Theophile N. Mpondo. 1994. « Two Polymethoxylated Flavones from *Distemonanthus Benthamianus* ». *Journal of Natural Products* 57 (2): 291-93. https://doi.org/10.1021/np50104a015.

Harborne B.J., Williams A.C., 2000. Review in Advances in flavonoids research since 1992. Phytochemistry, 55: 481-504.

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 2: 331-340.

Hooper L et Cassidy A (2006). A review of the health care potential of bioactive compounds. Journal of the Science of Food and Agriculture 86, 1805-1813.

Huang, Zeen, Koh Hashida, Rei Makino, Fumio Kawamura, Kuniyoshi Shimizu, Ryuichiro Kondo, et Seiji Ohara. 2009. « Evaluation of Biological Activities of Extracts from 22 African Tropical Wood Species ». *Journal of Wood Science* 55 (3): 225-29. https://doi.org/10.1007/s10086-008-1024-y.

Inari, G. Nguila, M. Petrissans, J. Lambert, J. J. Ehrhardt, et P. Gérardin. 2006. « XPS Characterization of Wood Chemical Composition after Heat-Treatment ». *Surface and Interface Analysis* 38 (10): 1336-42. https://doi.org/10.1002/sia.2455.

Janusz G, Kucharzyk KH, Pawlik A, Staszczak M, Paszczynski AJ (2013) Fungal laccase, manganese peroxidase and lignin peroxidase: Gene expression and regulation. Enzyme Microb Technol 52:1–12.

Kamaya Y., Fukaya Y., Suzuki K (2005). Acute toxicity of benzoic acids to the crustacean Daphnia magna. Chemosphere 59 (2), 255-261.

Kamalakannan S et Thangamuthu M.D.2019. Sugar-benzohydrazide based phase selective gelators for marine oil spill recovery and removal of dye from polluted water. Carbohydrate Research 481 (2019) 60–66.

Kawamura F., Ohara S., Nishida A (2004). Antifungal activity of constituents from the heartwood of Gmelina arborea: Part 1. Sensitive antifungal assay against Basidiomycetes. Holzforschung. 58, 189–192.

Kebbi-Benkeder Z., Colin F., Dumarçay S., Gérardin P., 2015. Quantification and characterization of knotwood extractives of 12 European softwood and hardwood species. Annals of Forest Science, 72: 277-284.

Khaya ivorensis (PROTA) — PlantUse Français. Consulté le 5 décembre 2018. https://uses.plantnet-project.org/fr/Khaya_ivorensis_(PROTA).

Kinjo J., Uemura H., Nohara T (1995). Novel Yellow Pigment from Pterocarpus santalinus : Biogenetic Hypothesis for Santalin Analogs. Tetrahedron Letters, 36 (31), 5599-5602.

Lamidi, Maroufath, E. Ollivier, Robert Faure, Laurent Debrauwer, Lucienne Nze-Ekekang, et Guy Banana. 1995. « Quinovic acid glycosides from nauclea diderrichii ». *Pergamon* 38: 209-12.

Lee S. K., Lee H. J., Min H. Y.,Park E. J., Lee K. M., Ahn Y. H., Cho Y. J., Pyee J. H (2005). Antibacterial and antifungal activity of pinosylvin, a constituent of pine. Fitoterapia 76(2), 258-260.

Lophira alata Banks ex P. Gaertn. Consulté le 24 novembre 2018. https://www.prota4u.org
Louppe, Dominique, et A. A. Oteng-Amoako. 2008. *Ressources végétales de l'Afrique tropicale 7(1): bois d'œuvre 1*. PROTA.

Lovoa trichilioides (PROTA) — PlantUse Français ». Consulté le 23 novembre 2018. https://uses.plantnet-project.org/fr

Macheix J. J., Fleuriet A., Jay-Allemand C. (2005). Les composés phénoliques des végétaux: Un exemple de métabolites secondaires d'importance économique. Presses polytechniques et universitaires romandes. Collection Biologie 192 pages.

Malan, Elfranco, et Silverkanabathi Naidoo. 1980. « Two flavonols from *Distemonanthus benthamianus* ». *Phytochemistry* 19 (12): 2731-33. https://doi.org/10.1016/S0031-9422(00)83952-7.

Malan, Elfranco, et Ewald Swinny. 1989. « 5,5'-Dihydroxy-3,7,2',4'-tetramethoxyflavone was isolated from the acetone extract of the heartwood of *Chlorophora excelsa.* » *5,5'-dihydroxy-3,7,2',4'-tetramethoxyflavone from Chlorophora excelsa* 29 (8): 2741.

Malan, Elfranco, Ewald Swinny, et Daneel Ferreira. 1994. « A 3-Oxygenated Flavonolignoid From*Distemonanthus Benthamianus* ». *Phytochemistry* 37 (6): 1771-72. https://doi.org/10.1016/S0031-9422(00)89611-9.

Mammela Pirjo (2001). Phenolics in selected European hardwood species by liquid chromatographyelectrospray ionisation mass spectrometry. The Analyst 126 (9), 1535-1538.

Manfouo, R. N., D. Lontsi*, F. N. Ngounou, B. T. Ngadjui, et B. L. Sondengam. 2005. « Erythrosuave, a new diterpenic alkaloid from *Erythrophleum suaveolens*(GUILL. & PERR.) BRENAN ». *Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia* 19 (1): 69-74.

Mariana royer., Robert houde., Tatjana stévanovic .2010. Volet 1: les extractibles forestiers québéquois. Potentiel de développement lié aux extractibles forestiers : Etat des connaissances et revue des marchés. Centre de recherche sur le bois. Université de Laval

Martin Jacobson. 1958. Insecticides from Plants: A Review of the Literature, 1941-1953, Numéro 154.

Mbah, James.A. 2011. « Antiplasmodial Triterpenes from the Stem Bark of Baillonella Toxisperma », ISESCO JOURNAL of Science and Technology, 7 (12): 84-87.

Mighri, M Zine, et Mme Pascale Subra. s. d. « Soutenue publiquement le 05 Octobre 2012 devant le jury composé de »:, 196.

Mounanga, Thierry Koumbi. « Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy I », 223.

Mounguengui, Wenceslas Steeve. « Caractérisation HPLC de marqueurs permettant de prévoir l'évolution de certaines propriétés macroscopiques du bois lors de différents processus de dégradation », 230.

Murkies A. L., Wilcox G., Davis S. R (1998). Phytoestrogens. Journal of Clinical Endocrinology and Metabolism 83 (2), 297-303.

Moussavi, Nastaran, Karl Egil Malterud, Bertin Mikolo, Dag Dawes, Fabrice Chandre, Vincent Corbel, Daniel Massamba, Hans J. Overgaard, et Helle Wangensteen. 2015. « Identification of Chemical Constituents of *Zanthoxylum Heitzii* Stem Bark and Their Insecticidal Activity against the Malaria Mosquito Anopheles Gambiae ». *Parasites & Vectors* 8 (1). https://doi.org/10.1186/s13071-015-1113-x.

Narayana, Chintam, Priti Kumari, Ghanshyam Tiwari, et Ram Sagar. 2019. « Triazole Linked *N* -Acetylglucosamine Based Gelators for Crude Oil Separation and Dye Removal ». *Langmuir* 35 (51): 16803-12. https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.9b02704.

Ngouela, Silvére, Etienne Tsamo, et Joseph D. Connolly. 1994. « Lignans and other constituents of *Zanthoxylum heitzii* ». *Phytochemistry* 37 (3): 867-69. https://doi.org/10.1016/s0031-9422(00)90373-x.

Ngounou, F. N., R. N. Manfouo, L. A. Tapondjou, D. Lontsi*, V. Kuete, V. Penlap, F. X. Etoa, M.-a. L. Dubois, et B. L. Sondengam. 2005. « Antimicribial diterpenoid alkaloids from *Erythrophleum suaveolens* (GUILL. & PERR.) BRENAN ». *Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia* 19 (2): 221-26. https://doi.org/10.4314/bcse.v19i2.21127.

Ngoupayo, Joseph, Turibio Kuiate Tabopda, Muhammad Shaiq Ali, Bonaventure Tchaleu Ngadjui, et Marie-Aleth Lacaille-Dubois. 2015. « Antioxidant Stilbenoid and Flavanonol from Stem of *Erythrophleum Suaveolens* (Guill. & Perr.): Antioxidant Stilbenoid and Flavanonol from *Erythrophleum Suaveolens* ». *Magnetic Resonance in Chemistry* 53 (8): 612-15. https://doi.org/10.1002/mrc.4253.

Nkengfack, A.E, F.R Van Heerden, V Fuendjiep, et Z.T Fomum. 2001. « Asebotin, a Dihydrochalcone Glucoside from *Guibourtia tessmannii* ». *Fitoterapia* 72 (7): 834-36. https://doi.org/10.1016/S0367-326X(01)00300-8.

Niamké F.B., Amusant N., Stien D., Chaix G., Lozano Y., Kadio A.A., Lemenager N., Goh D., Adima A.A., Kati-coulibaly S., Jay-allemand C., 2012. 4'-5'-Dihydroxy-epiisocatalponol, a new naphthoquinone from *Tectona grandis* L.f. heartwood and fungicidal activity. International Biodeterioration and Biodegradation, 74: 93-98.

Noté, Olivier Placide, Azefack Léon Tapondjou, Anne-Claire Mitaine-offer, Tomofumi Miyamoto, Dieudonné Emmanuel Pegnyemb, et Marie-Aleth Lacaille-Dubois. 2013. « Triterpenoid saponins from Piptadeniastrum africanum (Hook. f.) Brenan ». *Phytochemistry Letters* 6 (4): 505-10. https://doi.org/10.1016/j.phytol.2013.06.006.

Nursinta Arifiani Rosdianaa,b, Stéphane Dumarçaya, Christine Gérardina, Hubert Chapuisa, Francisco José Santiago-Medinaa, Rita Kartika Sarib, Wasrin Syafiib, Eric Gelhayec, Phila Raharivelomananad, Rozi Mohammede, Philippe Gérardina. Characterization of bark extractives of different industrial Indonesian wood species for potential valorization. Industrial Crops & Products 108 (2017) 121-127. http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.06.034.

Nyemba, A.M., T.Ngando Mpondo, S.F. Kimbu, et J.D. Connolly. 1995. « Stilbene Glycosides from *Guibourtia tessmannii* ». *Phytochemistry* 39 (4): 895-98. https://doi.org/10.1016/0031-9422(94)00915-G.

Ohmura W., Doi S., Aoyama M., Ohara S. (2000). Antifeedant activity of flavonoids and related compounds against the subterranean termite *Coptotermes formosanus* Shiraki. Journal of Wood Science 46 (2), 149-153.

Oke-Altuntas, Feyza, Gilbert D.W. F. Kapche, Judith L. Nantchouang Ouete, Ibrahim Demirtas, Merve B. Koc, et Bonaventure T. Ngadjui. 2016. « Bioactivity Evaluation of

Cudraxanthone I, Neocyclomorusin and (9βh)-3β-Acetoxylanosta-7,24-Diene Isolated from *Milicia excelsa* Welw. C. C. Berg (Moraceae) ». *Medicinal Chemistry Research* 25 (10): 2250-57. https://doi.org/10.1007/s00044-016-1670-3.

ONF - Le matériau bois. Consulté le 9 janvier 2019. http://www.onf.fr/gestion_durable/sommaire/ressources/materiau_bois/@@index.html.

Onuorah, Eugene O. 2000. « The wood preservative potentials of heartwood extracts of *Milicia excelsa* and *Erythrophleum suaveolens* ». *Bioresource Technology* 75 (2): 171-73. https://doi.org/10.1016/S0960-8524(99)00165-0.

Onyekwelu, jonathan, et Bernd Stimm. « (2) Nauclea Diderrichii. ResearchGate. Consulté le 17 décembre 2018. https://www.researchgate.net/publication/259622753_*Nauclea_diderrichii*.
Pietta P.G., 2000. Flavonoids as antioxidants. Journal of Natural Products, 63: 1035-1042.

Prathap, Annamalai, et Kana M. Sureshan. 2019. « Sugar-Based Organogelators for Various Applications ». *Langmuir* 35 (18): 6005-14. https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.9b00506.

Qiang X., Liang-Yi S., 2012. Resveratrol role in cardiovascular and metabolic health and potential mechanisms of action. Nutrition Research, 32: 648-658.

Raven P., Ray F. E., Susan E. E. (2000). Biologie végétale. Editions De Boeck Université. 944 Pages.

Rousset, Patrick. " Choix et validation expérimentale d'un modele de pyrolyse pour le bois traité par haute température: de la micri-particule au bois massif".204.

Saha Tchinda Jean-Bosco, Characterization and enchancement of extractable substance from five major Cameroonian species in wood industry: Ayous, Moabi, Movingui, Padouk and Tali. Doctoral thesis in wood science, under the supervision of Phillippe Gerardin, Lermab, University of Lorraine. 2015. 162p.

Serigne Ibra Mbacke Dieng , Alioune Dior Fall, Kady Diakite-Badji, Abdou Sarr , Madieye Sene , Moussa Sene , Amadou Mbaye , William Diatta et Emmanuel Bassene. Evaluation de l'activité antioxydante des extraits hydro-ethanoliques des feuilles et écorces de *Piliostigma thonningii* Schumach. Int. J. Biol. Chem. Sci. 11(2): 768-776, April 2017.https://dx.doi.org/10.4314/ijbcs.v11i2.19.

Shimizu, Kuniyoshi, Seiji Yasutake, et Ryuichiro Kondo. 2003. « A New Stilbene with Tyrosinase Inhibitory Activity from *Chlorophora Excelsa.* » *ChemInform* 34 (34). https://doi.org/10.1002/chin.200334209.

Sirmah P., Iaych K., Poaty B., Dumarçay S., Gerardin P., 2009. Effect of extractives ondurability of *Prosopis juli ora* heartwood. International Research Group on Wood Protection, Doc. n°: IRG/WP 09-30518, 18 pp.

Smeds A. I., Ceskova I., Eklund P. C., Wilför S. M., 2012. Identi cation of new lignans in Norway spruce knotwood extracts. Holzforschung, 66 : 553-567.

Soundarajan, Kamalakannan, et Thangamuthu Mohan Das. 2019. « Sugar-Benzohydrazide Based Phase Selective Gelators for Marine Oil Spill Recovery and Removal of Dye from Polluted Water ». *Carbohydrate Research* 481 (juillet): 60-66. https://doi.org/10.1016/j.carres.2019.06.011.

Steeve Mounguengui, Jean-Bosco Saha Tchinda, Maurice Kor Ndikontar, Stéphane Dumarçay, Christiane Attéké Dominique Perrin, Eric Gelhaye, Philippe Gérardin. Total phenolic and lignin contents, phytochemical screening, antioxidant and fungal inhibition properties of the heartwood extractives of ten Congo Basin tree species. Annals of Forest Science (2016) 73:287–296. DOI 10.1007/s13595-015-0514-5.

Tangmouo, Jean Gustave, Alain Lannang Meli, Justin Komguem, Victor Kuete, Fernande Ngninzeko Ngounou, David Lontsi, Veronique Penlap Beng, M. Iqbal Choudhary, et Beban Luc Sondengam. 2006. « Crassiflorone, a New Naphthoquinone from Diospyros Crassiflora (Hien) ». *Tetrahedron Letters* 47 (18): 3067-70. https://doi.org/10.1016/j.tetlet.2006.03.006.

Taylor, David A.H. 1977. « The Structure of an Extractive from Khaya Ivorensis ». *Phytochemistry* 16 (11): 1847-49. https://doi.org/10.1016/0031-9422(71)85116-6.

Tchivounda, H. Pambou, B. Koudogbo, Y. Besace, et E. Casadevall. 1990. « Cylicodiscic acid, a dihydroxy pentacyclic triterpene carylic acid from *Cylicodiscus gabunensis* ». *Phytochemistry* 29 (10): 3255-58. https://doi.org/10.1016/0031-9422(90)80194-L.

Tih, Anastasie, Raphael Ghogomu Tih, Beibam-Lucas Sondengam, Marie-Thérèse Martin, et Bernard Bodo. 1992. « Tetraflavonoids of *Lophira alata* ». *Phytochemistry*, The International Journal of Plant Biochemistry, 31 (3): 981-84. https://doi.org/10.1016/0031-9422(92)80052-G.

Universalis, Encyclopædia. « BOIS ». Encyclopædia Universalis. Consulté le 17 octobre 2019. http://www.universalis.fr/encyclopedie/bois/.

Vardamides, J. C., H. El Alaoui, D. L. Massoma, A. G. B. Azebaze, B. Ndemangou, V. T. Sielinou, M. Meyer, C. P. Vivares, Z. T. Fomum, et A. E. Nkengfack. 2008. « Anticoccidial Constituents from the Stem Bark of *Turraeanthus africanus* ». *Chemistry of Natural Compounds* 44 (6): 696-700. https://doi.org/10.1007/s10600-009-9196-2.

Vardamides, Juliette Catherine, et et al. et al. 2006. « Alkaloids from the Stem Bark of *Turraeanthus africanus* (Meliaceae). » *ChemInform* 37 (52). https://doi.org/10.1002/chin.200652203.

Veluri R., Weir T. L., Bais H. P., Stermitz F. R., Vivanco J. M (2004). Phytotoxic and antimicrobial activities of catechin derivatives. Journal of Agricultural and Food Chemistry 52 (5), 1077-1082.

Venalainen M., Anni M., Saranpa H. P., Kainulainen P., Tiitta M., Velling P. (2004). The concentration of phenolics in brown-rot decay resistant and susceptible Scots pine heartwood. Wood Sciences and Technology. 38, 109–118.

VOLET 1: Les extractibles forestiers québéquois.2010.

Wangensteen, Helle, Giang Thanh Thi Ho, Margey Tadesse, Christopher O. Miles, Nastaran Moussavi, Bertin Mikolo, et Karl Egil Malterud. 2016. « A New Benzophenanthridine Alkaloid and Other Bioactive Constituents from the Stem Bark of *Zanthoxylum heitzii* ». *Fitoterapia* 109 (mars): 196-200. https://doi.org/10.1016/j.fitote.2016.01.012.

Wu, Wen-Bin, Hua Zhang, Hong-Chun Liu, Shi-Hui Dong, Yan Wu, Jian Ding, et Jian-Min Yue. 2014. « Ivorenoids A–F: Limonoids from *Khaya ivorensis* ». *Tetrahedron* 70 (22): 3570-75. https://doi.org/10.1016/j.tet.2014.04.007.

Zhang, Bo, Sheng-Ping Yang, Sheng Yin, Chuan-Rui Zhang, Yan Wu, et Jian-Min Yue. 2009. « Limonoids from *Khaya ivorensis* ». *Phytochemistry* 70 (10): 1305-8. https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2009.07.016.

RESUME

Au cours de ce travail, le taux d'extraits d'écorce, duramen et aubier de quatre essences gabonaises a été évalué par la technique d'extraction accélérée ASE 200 et au Soxhlet pour les extractions successives au dichlorométhane, acétone, toluène/éthanol et eau. Egalement, des extractions en parallèle à l'éthanol, eau/éthanol et eau dont les extraits ont permis de réaliser la suite des travaux avec le taux d'extraits variant de 05 à 26 %. Les phénols totaux contenus dans les extractibles ont été évalués par la méthode de Folin–Ciocalteu en utilisant l'acide gallique comme standard. La teneur varie de 1,36 à 383,2 mg éq acide gallique / g d'extraits. L'identification des composés contenus dans les extraits par GC-MS a permis d'identifier de la chlorophorine et du resvératrol dans les extractibles de l'Iroko. Les extraits des autres essences, dans l'ensemble, ont permis l'identification de molécules de sucres, molécules d'acides et des stérols. Les essais d'inhibition de croissances sur les champignons de pourriture ont montré qu'à des concentrations de 300 ppm, les extractibles étaient fongistatiques, et qu'à des concentrations de 500 ppm, certains extractibles étaient fongicides (extractible d'Azobé). L'évaluation des propriétés antioxydantes et colorantes des extraits pour envisager de potentielles applications industrielles a été effectuée. Le pouvoir anti-radicalaire des extraits a été évalué en utilisant le radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH.). Les concentrations nécessaires pour consommer 50 % du radical varient de 2,3 à 6,2 mg/L. La capacité des extraits aqueux et alcalins à teindre du coton a été évaluée. La mesure de la coloration prise par les fibres s'est faite à l'aide d'un colorimètre Datacolor D65°10. Les résultats montrent que ces extraits donnent une coloration jaune avec les extraits de l'Iroko et Dabéma et une coloration rouge avec les extraits de Tali et Azobé. L'utilisation des extractibles pour inhiber la croissance bactérienne a montré que les extractibles étaient bactériostatiques et bactériocides pour les concentrations testées.

Mots clés : essences gabonaises, extraits, valorisation, antioxydant, antifongique, antibactériens, teinture.

ABSTRACT

During this work, the rate of bark, heartwood and sapwood extracts of four Gabonese species was evaluated using the ASE 200 accelerated extraction technique and the Soxhlet for successive extractions with dichloromethane, acetone, toluene/ethanol and water. Also, parallel extractions with ethanol, water/ethanol and water whose extracts allowed the continuation of the work with the rate of extracts varying from 05 to 26%. The total phenols contained in the extractives were evaluated by the Folin-Ciocalteu method using gallic acid as the standard. The content varies from 1.36 to 383.2 mg gallic acid eq/g extracts. The identification of compounds contained in the extracts by GC-MS allowed the identification of chlorophorin and resveratrol in Iroko extracts. The extracts of the other essences as a whole, allowed the identification of sugar molecules, acid molecules and sterols . Growth inhibition tests on decay fungi showed that at concentrations of 300 ppm the extractives were fungistatic and at concentrations of 500 ppm some extractives were fungicidal (Azobe extractive). The evaluation of the antioxidant and colouring properties of the extracts to consider potential industrial applications was carried out. The anti-radical power of the extracts was evaluated using the 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH.) radical. The concentrations required to consume 50% of the radical range from 2.3 to 6.2 mg/L. The ability of aqueous and alkaline extracts to dye cotton was evaluated. The measurement of the colouring taken by the fibres was done using a Datacolor D65°10 colorimeter. The results show that these extracts give a yellow coloration with Iroko and Dabéma extracts and a red coloration with Tali and Azobé extracts. The use of extractives to inhibit bacterial growth showed that the extractives were bacteriostatic and bacteriocidal for the concentrations tested.

Keywords: Gabonese essences, extracts, enhancement, antioxidant, antifungal, antibacterial, dye.

Valorisation scientifique

N°1. GDR Bois 2017.Journées annuelles du GDR3544 sciences du bois 21-23 novembre 2017, Nantes.Quantification, caractérisation et possible valorisation des biomolécules du bois d'Iroko (Chlorophora excelsa) du Gabon.Henri Meyo Degboevi, Christine Gérardin-Charbonnier, Prosper Edou Engonga, Stéphane Dumarçay, Philippe Gérardin.

N°2. Wood Chem2017 : Conférence internationalescientifique, Nancy-France 6 et 7 Décembre 2017. Bio-molécules d'intérêt issues des connexes de la première transformation du bois au Gabon. Henri Meyo Degboevi, Christine Gérardin-Charbonnier, Prosper Edou Engonga, Stéphane Dumarçay, Philippe Gérardin.

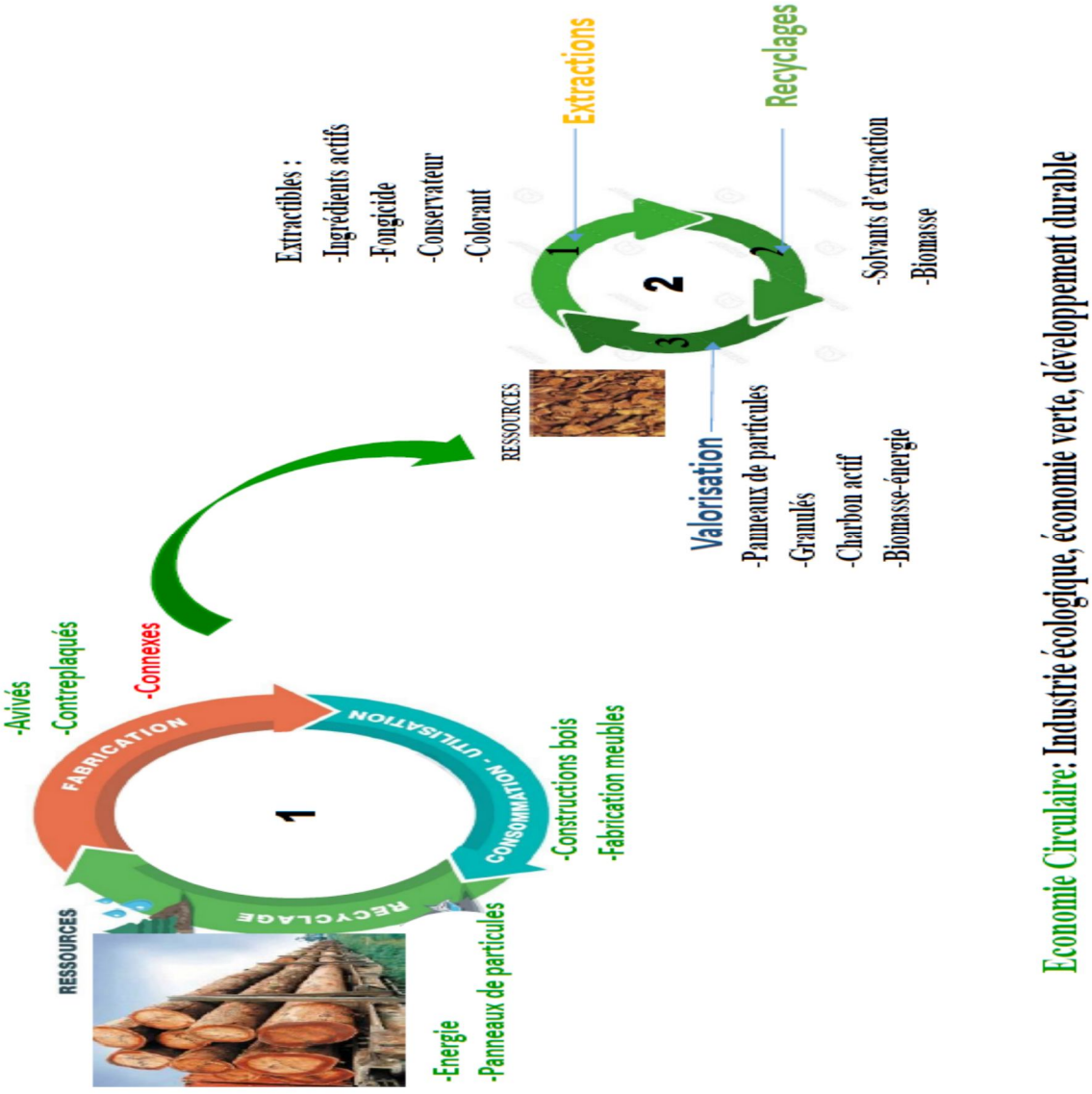
N°3.Séminaire LERMAB,06 juin 2018.Identification et caractérisation des bio-molécules issus des bois du Gabon : Cas du Dabéma (Piptaniastrum africanum) et de L'Iroko (Chlorophora excelsa). Henri Meyo Degboevi, Christine Gérardin-Charbonnier, Prosper Edou Engonga, Stéphane Dumarçay, Philippe Gérardin.

N°4. Journée scientifique PHYTODAY, 17 mai 2019, Bruxelles. Valorisation of the by-products generated by the primary wood processing industry in Gabon. Henri Meyo Degboevi, Christine Gérardin-Charbonnier, Prosper Edou Engonga, Stéphane Dumarçay, Philippe Gérardin.

N°5.Séminaire ECOLE DOCTORALE SIMPPE,12 Mars 2019, Nancy.Valorisation des sous-produits de la première transformation du bois au Gabon. Henri Meyo Degboevi, Christine Gérardin-Charbonnier, Prosper Edou Engonga, Stéphane Dumarçay, Philippe Gérardin.

N°6. LES PREMIERES JOURNEES SCIENTIFIQUES DE CHIMIE. Chimie Organique, Substances Naturelles et Chimie théoriques : Recherche, Développement et Innovation Scientifique en Afrique.14-16 Janvier 2021 (En Ligne). Possible Valorisation des sous-produits de la première transformation du bois au Gabon. Henri Meyo Degboevi, Valérie Nsouami, Prosper Edou Engonga.

Model d’économie circulaire



PRIX DE LA MEILLEURE COMMUNICATION ORALE 2019

SIMPPÉ

1ER

DÉCERNÉ À

HENRY NEYO-DEGBOEVI

Le premier prix remporte un bon d'achat DECITRE d'une valeur de 50 €

Remis lors de la Journée Scientifique de l'École Doctorale SIMPPÉ

12/03/2019
DATE

SIGNATURE

C. GERARDIN

Réf : Ministère Intérieur : N° 0654/PA/SG/D1

Association des Chercheurs et Enseignants
Chercheurs Lauréats au Maroc en Côte d'Ivoire
(ASCECLMA-CI) :



ATTESTATION D'EXCELLENCE

Je soussigné, Professeur ***El Mokhtar Essassi****, Membre Résident de l'Académie Hassan II des Sciences et Techniques et Président du comité Scientifique atteste que :*

MEYO DEGBOEVI HENRI

A pris une attestation d'excellence pour une meilleure ***Communication Orale*** *lors de la participation aux* ***Premières Journées Scientifiques de Chimie*** *organisées par les Chercheurs et Enseignants Chercheurs Lauréats du Maroc en Côte d'Ivoire en collaboration avec des Enseignants Chercheurs du Maroc* ***du 14 au 16 Janvier 2021, Abidjan – Côte d'Ivoire, (En ligne).***

Intitulée :

ETUDES DE LA POSSIBLE VALORISATION D'EXTRACTIBLES OBTENUS DES CONNEXES DES BOIS DU GABON

Co-auteurs : **NSOUAMI VALERIE, EDOU ENGONGA PROSPER.**

Pr. El Mokhtar Essassi
Membre Résident de l'Académie Hassan II
des Sciences et Techniques

Université Mohammed V-Agdal
Faculté des Sciences de Rabat
UFR PHARMACOCHIMIE

Professeur: El Mokhtar ESSASSI

Pr. Daouda Ballo
Président du ASCECLMA-CI

ASCECLMA-CI
Le Président
Cel: 77 87 66 33

En foi de quoi, la présente attestation est délivrée pour servir et valoir ce que de droit fait à Abidjan le 16 janvier 2021.

Mail : asceclmaci@gmail.com, site web : www.asceclma.ci